

Université Bordeaux 3 - Michel de Montaigne

École doctorale Montaigne - Humanités

Doctorat en Sciences Archéologiques

par

CÉLINE OLLAGNIER

Maître ès Lettres

**DE KAIROUAN (TUNISIE) À SHAHRISABZ (OUBÉKISTAN),
CONTRIBUTION À LA SAUVEGARDE DE SOURCES
DOCUMENTAIRES DE L'HUMANITÉ**

- I^{ère} partie : Conservation d'un savoir-faire, le décor de lustre métallique
- II^{ème} partie : Conservation d'un site, le palais de Timour

Thèse dirigée par le Pr Max Schvoerer

Soutenue le 4 octobre 2010 devant la Commission d'Examen

Rapporteurs

M. Daniel CHASSEAU
M. Jean-Pierre MASSUÉ

Pr, Physicien, ICMCB – Université de Bordeaux 1
Dr, HDR, Physicien, Membre du Conseil de l'Europe

Examineurs

M. Alain BILLARD
M. Bernard CAZEAU
M. Laurent LÉVI-STRAUSS
M. Max SCHVOERER
M. SINGARAVELOU

Dr, Professeur d'Architecture à Bordeaux et Paris-Belleville
Dr, Sénateur, Président du Conseil Général de la Dordogne
Dr, Chargé de mission à l'Unesco
Pr, Université de Bordeaux 3 - Michel de Montaigne
Pr, Université de Bordeaux 3 - Michel de Montaigne

A ma famille.

REMERCIEMENTS

Ce mémoire de thèse est l'aboutissement d'un ensemble de soutiens structurels déterminants :

- Le Centre de Recherche de Physique Appliquée à l'Archéologie, IRAMAT - UMR 5060 de l'Université de Bordeaux et du CNRS, pour ses moyens humains et expérimentaux. Il est dirigé en 2010 par le D^f **Pierre Guibert**.

- L'institut National du Patrimoine de Tunisie, dont l'antenne de Kairouan est dirigée par le D^f **Mourad Rammah**.

- Le musée Amir Temur de Shahrissabz en Ouzbékistan, dirigé depuis sa création par le D^f **Nabi Kushvaqov**, représentant de l'ICOM pour l'Ouzbékistan.

- L'Association européenne « Sciences et Patrimoine FER-PACT » et ses experts, présidée par le P^f **Max Schvoerer**.

- Le Conseil Régional d'Aquitaine qui m'a accordé une allocation de recherche et a aidé l'association à amorcer en 2006, un magnifique projet en Ouzbékistan.

- Le Conseil Général de la Dordogne, qui a pris le relais de la Région, nous soutenant de 2007 à 2010 et dont une délégation, dirigée par son Président, le **Sénateur Bernard Cazeau**, s'est déplacée en mai 2010 en Ouzbékistan, afin d'évaluer le travail réalisé.

- La Section Musée et Objets Culturels de l'Unesco, dirigée jusqu'en 2009 par le D^f **Laurent Lévi-Strauss**, pour son soutien sur le programme de Musée Virtuel et de conservation de l'Ak Saray.

Au sein du laboratoire du CRP2A à Bordeaux :

Soutiens au titre de la vie du laboratoire : M^{me} **Claude Ney**, Ingénieur, pour ses conseils avisés, M. **Guy Salinière** pour son aide avec les fours électriques de laboratoire, M. **Pierre Selva**, Ingénieur électronicien, ainsi que le laboratoire et l'École Doctorale qui m'ont aidée à effectuer plusieurs missions en France et à l'étranger.

L'équipe de doctorants, docteurs et post-doc du laboratoire : D^f **Olivier Bobin** et D^f **Delhia Chabanne** qui m'ont appris à travailler et à regarder les lustres comme il se doit. **Sophie Desgouilles** avec qui j'ai partagé en plus des Doctoriales, un travail sur des verres Syriens. Mes condisciples doctorants, post-doc et permanents du labo pour leur amitié : **FX**, **Fofie**, **Laeticia & Laeticia**, **Béatrice**, **Armel**, **Ayed**, etc.

Les stagiaires de recherche que j'ai encadrés durant ce travail : **Laure Biniek** (IUT de Chimie), **Marie Chassagne** (Master 2), **Marie Chavoutier** (Stage Ing), **Françoise Dejoas** (Master 1, Master 2 pro et recherche), **Assia Hassan** (Master 2), **Vanessa Marlier** (Master 1), **Mathias Mayer** (Licence puis Master 2), **Katia Razafimahefa** (IUT de Chimie), **Aude Schall** (Master 2), **Raphaëlle Soullignac** (Licence puis Master 2) et **Toshie Takahashi** (Master 2).

Sur le décor de lustre métallique (en Europe, Méditerranée, Iran et Asie) :

En France : M. **Miguel Calado**, maître céramiste pour les connaissances qu'il nous a transmises, M. **Allain Guillot**, verrier d'art qui nous a offert ses fours pour réaliser une grande quantité de fritte de re-création, M. **Claude Terrien** pour ses théories optiques, M^{me} **Elizabeth Sellier** du CREMEM* de Bordeaux 1 pour les observations réalisées au TEM* malgré les difficultés rencontrées !

En Italie : D^f **Enza Cilia Platamone**, superintendante des Musées de la Région de Catane (Sicile, Italie), qui m'a accueillie pendant presque un mois dans deux de ses musées (Caltagirone, Gela) et organisé un stage chez un céramiste (Sciacca).

En Iran : M^{me} **Zohreh Rouhfar**, ancienne directrice de la section des Arts Islamique du Musée de Téhéran, qui nous a confié plusieurs échantillons de lustre métallique en provenance de Kashan.

Au Japon : par l'intermédiaire de M^{elle} **Toshie Takahashi**, la famille de l'artiste M. **Takuo Kato**, qui nous a confié des échantillons. Les organismes ayant fourni des documents japonais : le grand magasin **Maruei Co.**, la maison d'édition **Hoikusha Co.**, le **Musée d'Art de la Céramique Moderne de Gifu** et le grand magasin **Mitsukoshi** à Paris.

En Ouzbékistan : P^f. **Anatole Sagdullaev** (Centre d'Histoire, Tachkent), D^f **Nabi Kushvaqov** (Musée Amir Temur de Shahrissabz), D^f **Babour Aminov** (Institut Oriental, Tachkent).

Sur l'Ak Saray (Ouzbékistan) :

Le Conseil Général de la Dordogne : qui nous accompagne depuis 2006, ainsi que plusieurs de ses membres qui ont participé en mai 2010 à une mission sur le terrain : M. **Bernard Cazeau** (Président), M^{me} **Valérie Chamouton** (Affaires Européennes et Coopération Décentralisée), M. **Bernard Noel** (culture) et M. **Daniel Fenaux** (économie et emploi).

L'Unesco - Paris : D^f **Laurent Lévi-Strauss** et M^{me} **Nao Hayashi Denis** (Section Musée et Objets Culturels), M. **Giovanni Boccardi** (Patrimoine Mondial Asie-Pacifique).

Les experts du groupe PACT France : MM. **Miguel Calado** et **Michel Gardelle** (céramique), M. **Jean-Pierre Massué** (prévention des risques), M^{me} **Marie-Thérèse Nuyts-Lavialle** (coopération avec l'artisanat et l'industrie, assoc URISA), M. **Pierre Bergoin** (mortiers, société CESA), MM. **Richard Boyer**, **Benoist Postel-Vinay** et **Patrick Palem** (conservation, société SOGRA), MM. **Alain Billard** et **Nils Schvoerer-Ney** (architecture et risque sismique, Écoles Arch. Bordeaux et Paris-Belleville), Dr **Firouz Bagherzadeh** (muséologie, ancien directeur du Musée National de Téhéran), Pr **Jean Bonnin** pour ses renseignements sur la sismicité, M^{me} **Tamila Abdullaeva** (interprétariat).

Le groupe Ouzbek de Prévention du Patrimoine Culturel Timouride: Katta rahmat/ Большое спасибо au P^f. **Anatole Sagdullaev** (Académie d'Histoire, Tachkent), D^f **Nabi Kushvaqov** (Directeur du Musée Amir Temur de Shahrissabz), D^f **Babour Aminov** (Institut Oriental, Tachkent), P^f. **Abdulhamid Anarbaev** (Institut d'archéologie, Samarcande), Dr **Bahodir Mamadiev** (Musées de Karshi).

Les institutions en Ouzbékistan : Le Ministère de la Culture ouzbek (M. **Ravchanbek Mansurov**), l'Ambassade de France à Tachkent (L.E. Mr **Jean-Bernard Harth**, **Hugues Pernet** et leurs collaborateurs), l'Institut Français d'Études sur l'Asie Centrale (D^f **Bayram Balci**, Directeur), le Bureau de l'Unesco à Tachkent (successivement M^f **Michael Barry Lane**, M^{me} **Anna Paolini** et M. **Jorge Espinal**), M. **Khayrilla Sultanov** (archéologue), M. **Ravchan Kodirov** (Inspecteur des sites de Shahrissabz), MM. **Ulomov et Rashidov** (sismicité) et MM. **Umurzakov et Kuidabergenov** (prospection géophysique)

Enfin, je tiens également à remercier les rapporteurs et examinateurs du jury de thèse, MM. **Jean-Pierre Massué** et **Daniel Chasseau** (rapporteurs), MM. **Alain Billard**, **Bernard Cazeau**, **Laurent Lévi-Strauss** et **Singaravelou** (examineurs). Enfin, je ne saurais oublier, mon directeur de thèse, le Pr **Max Schvoerer** qui m'a proposé ce superbe sujet de recherche.

SOMMAIRE

Avant-propos	7
Implication du travail de thèse dans le programme du laboratoire de Bordeaux	9
Enjeu, Problématique générale et Stratégie de Recherche	11
Méthodologie générale	13

PREMIERE PARTIE

Lustre métallique : conservation d'un savoir faire

Chapitre 1

I. Problématique	31
II. État des connaissances au début de la recherche	33
III. Le support du décor	49

Chapitre 2

I. Caractérisation physique du décor de lustre métallique de Kashan (Perse, XIII-XIV ^{ème} s. ap. J.C.)	77
II. Caractérisation physique du décor de lustre métallique de tessons mis au jour à Jâm (Afghanistan, XIII-XIV ^{ème} s. ap. J.C.)	115
III. Lustre métallique : un nouveau modèle théorique	131
IV. Composition, préparation et application du mélange lustrant	145
V. Production de carreaux à décors de lustre métallique	197
VI. Essais de re-création de décors de lustre métallique d'après le modèle de Kairouan	231

Chapitre 3

I. Bilan	249
II. Bibliographie	253
III. Glossaire	259

DEUXIÈME PARTIE
Ak Saray (Ouzbékistan) : conservation d'un site de la Liste du Patrimoine Mondial

Chapitre 4

I. Problématique	267
II. État des connaissances au début de la recherche	269

Chapitre 5

I. Ak Saray : Programme de conservation d'un site de la Liste du Patrimoine Mondial	289
II. Base de données analytiques pour la conservation des carreaux timourides de Shahrissabz (Ouzbékistan)	305
III. Shacultim : un prototype de musée virtuel de la culture Timouride	351

Chapitre 6

I. Bilan	365
II. Bibliographie	367
III. Glossaire	371

TROISIÈME PARTIE
Perspectives et Documents complémentaires

Chapitre 7

I. Perspectives	379
-----------------	-----

Chapitre 8

I. Documents complémentaires de Première partie	385
II. Documents complémentaires de la Deuxième partie	397

AVANT-PROPOS

Ce mémoire de candidature au grade de Docteur en « Sciences Archéologiques » de l'Université de Bordeaux 3, rend compte de résultats scientifiques obtenus principalement entre 2005 et 2010, dans le cadre d'une partie d'un programme de Recherche, Développement et Formation (R, D & F). Il est consacré à la conservation de composantes prestigieuses mais vulnérables et menacées, du patrimoine culturel.

Pour ce qui concerne mon implication dans ce programme, j'ai travaillé au **Centre de Recherches en Physique Appliquée à l'Archéologie** (CRP2A) de l'Université de Bordeaux 3 et du CNRS. C'est l'une des trois Unités de recherche qui composent, avec des Unités de Belfort¹ et d'Orléans², l'Institut de Recherches sur les Archéomatériaux (IRAMAT - UMR 5060). J'ai également pu participer à trois missions de recherche en Asie centrale, centrées sur Shahrīsabz, en 2007, 2008 et 2010.

L'ensemble procède d'une initiative de l'association européenne « **Sciences et Patrimoine FER-PACT** », sous la direction de Max Schvoerer, Physicien (Physique des matériaux du Patrimoine culturel) Professeur émérite à Bordeaux 3, fondateur, en 1980 du CRP2A, membre de l'Académie européenne des Sciences et des Arts (Salzbourg, Autriche) et Président de l'association.

Au titre de la **Recherche**, ce mémoire répond aux deux questions suivantes :

- Pourquoi et comment re-créeer un « décor de lustre métallique » ?

Nous avons recherché une réponse à cette question en nous inspirant de décors que l'on peut voir en Tunisie, notamment, à Kairouan, sur les carreaux de céramiques glaçurées encore en place, du mihrab de la Grande mosquée « Sidi Oqba », dont la reconstruction fut achevée en 862-863 ap. J.C.

- Pourquoi et comment sauvegarder un revêtement de céramiques glaçurées ?

Nous avons considéré le problème de la conservation d'un ensemble menacé par le changement climatique en cours : 600 m² de revêtements de céramiques glaçurées de la zone des bassins du palais de Timour - l'Ak Saray (ou palais blanc) – de Shahrīsabz, près de Samarcande en Ouzbékistan et édifié entre 1379 et 1405 ap. J.C.

Dans les deux cas, le « fil rouge » de la démarche, qui nous a guidés sur les mythiques routes de la soie, est un simple objet, presque banal : **la céramique glaçurée**. Banal ? On verra qu'il n'en est rien. Pour l'architecte, sous différentes formes, elle sert depuis plus de 1000 ans à protéger et décorer des édifices. Pour l'historien de l'Art, des Sciences ou des Techniques, le conservateur de musée, l'archéologue ou le ministre du culte, elle est porteuse d'informations, d'idées, de couleurs ou de prières. Pour le physicien c'est au sens moderne du terme un « matériau composite » chargé de subtilités technologiques. Pour l'artisan, parfois appelé à « intervenir », c'est un... gagne-pain. Enfin, pour l'élite et les pouvoirs publics qui ont en charge la conservation et la valorisation d'un site, ce peut être un... casse-tête !

¹ Laboratoire Métallurgies et Cultures

² Centre Ernest Babelon

Au titre du Développement et de la Formation, sujets qui ont quotidiennement accompagné notre recherche, disons simplement que nous avons attaché beaucoup d'importance dans notre stratégie,

- A associer aux travaux correspondants, des collectivités territoriales (Conseils Généraux de Dordogne³, de Gironde⁴ et Conseil Régional d'Aquitaine⁵), des entreprises artisanales (Calado⁶, Gardelle⁷), industrielles (CESA⁸, SOCRA⁹), des experts¹⁰ et bien entendu, l'Unesco¹¹ ainsi que le Groupe Ouzbek pour la préservation et la valorisation du patrimoine architectural Timouride.¹²

- A accepter, chaque fois que l'occasion nous en fut donnée, de donner des cours à l'Université¹³, d'organiser sur le plan européen, à Ravello¹⁴ comme en 2007 et 2008, des modules de formation de haut niveau et comme il est d'usage, à publier et proposer des communications dans des séminaires spécialisés, nationaux¹⁵ ou internationaux (en Italie, Algérie et Portugal).¹⁶

³ Le Sénateur Bernard Cazeau, Président ; M^{me} Valérie Chamouton, Chef du service Affaires européennes et Coopération Décentralisée et son équipe.

⁴ Le Sénateur Philippe Madrelle, Président.

⁵ Programme de Solidarité Internationale.

⁶ M. Miguel Calado, céramiste en Dordogne.

⁷ M. Michel Gardelle, céramiste dans les Landes.

⁸ CESA : Chaux et Enduits de St Astier, Dordogne.

⁹ SOCRA : Restauration du patrimoine culturel, Dordogne.

¹⁰ dont Mme Tamila Abdullaeva ; M. Firouz Bagherzadeh ; M. Alain Billard ;...

¹¹ Dr Laurent Lévi-Strauss, directeur jusqu'en 2008 de la Section Musées et Objets Culturels de l'Unesco.

¹² Anatole Sagdullaev, Président ; Dr Babour Aminov et Dr Nabi Kushvaqtov, membres du Bureau.

¹³ T.D. à des Licences d'Histoire de l'Art et encadrement d'étudiants de Master I et II durant leur stage.

¹⁴ Patrimoine Culturel, Vulnérabilité et Prévention contre les Risques en 2007 et Stratégies de prévention du Patrimoine Culturel contre les Risques Majeurs II en 2008.

¹⁵ EMAC, SFIIC (voir bibliographie)

¹⁶ Italie : Stratégies de prévention du Patrimoine Culturel contre les Risques Majeurs II ; Algérie : 25 ans de coopération scientifique interuniversitaire algéro-française- CMEP - Programme « Tassili » (Alger) et 3^{ème} Symposium Maghrébin sur les Argiles (Boumerdès) ; Portugal : International Seminar on Conservation of Glazed Ceramic Tiles – research and practice (Lisbonne) (voir bibliographie).

IMPLICATION DU TRAVAIL DE THÈSE DANS LE PROGRAMME DU LABORATOIRE DE BORDEAUX

Ce travail de recherche en Physique appliquée, s'inscrit dans la perspective des travaux de l'équipe menés depuis 1974, sur la céramique glaçurée de l'architecture ou d'usage (vaisselle). Il vient à la suite des travaux d'**Olivier Bobin** (Bobin, 2001) et de **Delhia Chabanne** (Chabanne, 2005), qui ont exploré respectivement les propriétés optiques du décor de lustre métallique et sa diffusion du Proche-Orient à l'Espagne. Quant aux études antérieures concernant la ville de Shahrissabz, elles sont rares et difficilement accessible (pour ce qui nous concerne) car le plus souvent en langue Russe...

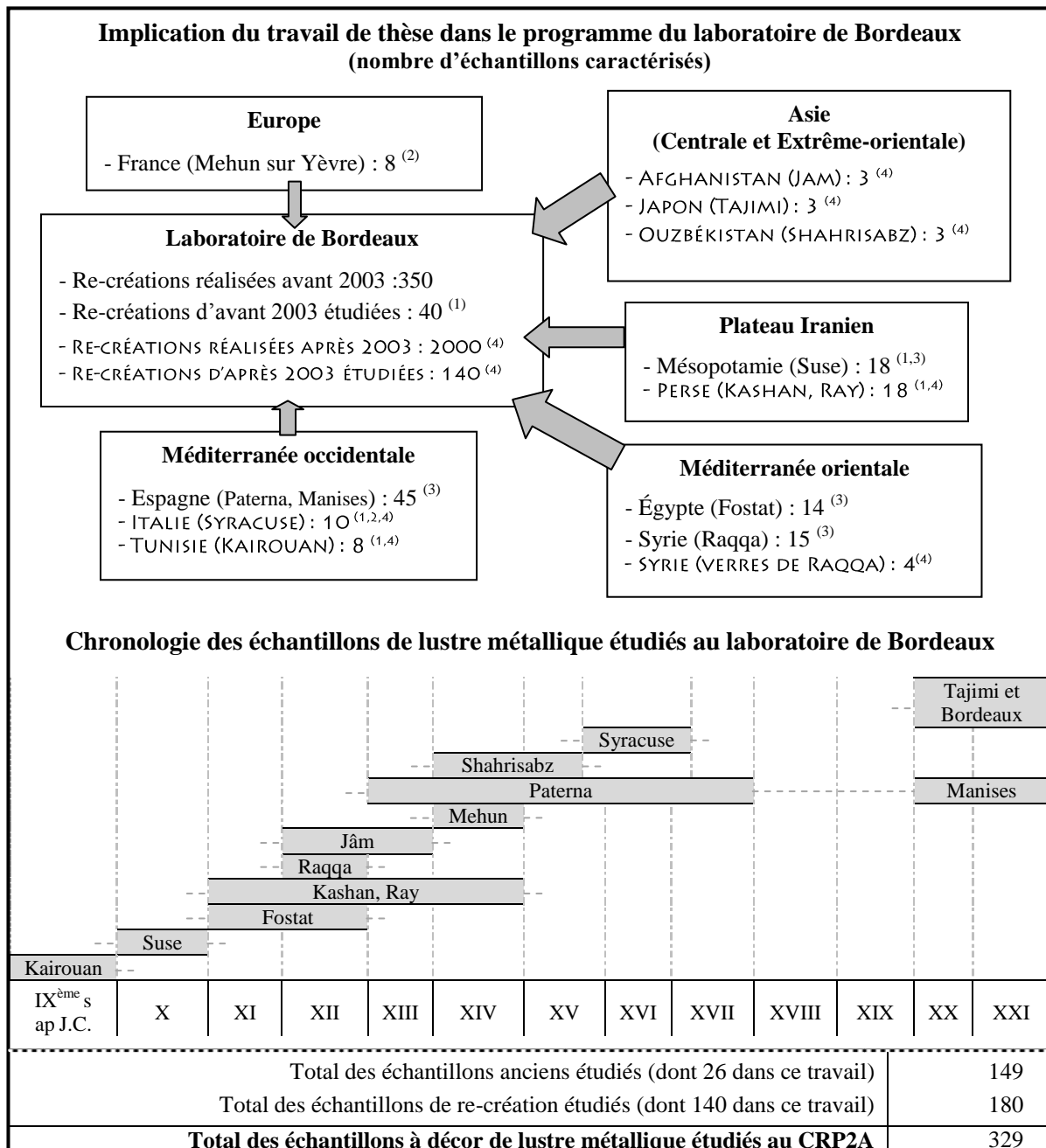


Figure n 1 : Implication du travail de thèse dans le programme d'étude des décors de lustre métallique du laboratoire de Bordeaux. (1). Olivier Bobin (Bobin, 2001 ; Bobin et al, 2003) ; (2). Ayed Ben Amara (Ben Amara, 2004); (3). Delhia Chabanne (Chabanne, 2005) et (4). CÉLINE OLLAGNIER (Ollagnier et al, 2009).

ENJEU, PROBLÉMATIQUE ET STRATÉGIE DE RECHERCHE

1. Enjeu

L'enjeu est d'apporter une contribution qui s'avèrera peut-être un jour déterminante, à la sauvegarde de cette partie du patrimoine universel que l'Unesco désigne sous le nom de « sources documentaires de l'Humanité ». L'investigation concerne un matériau composite du passé, véritable « fil rouge » de notre démarche, la **céramique glaçurée de l'architecture**.

2. Problématique

Elle est double, avec deux questions qui la résument :

- Comment re-crée au laboratoire, un **décor de lustre métallique** ? Le résultat doit associer, à l'issue d'une même « cuisson », sur un même carreau, des reflets métalliques de différentes couleurs, comme c'est le cas pour la « référence » choisie : les décors des carreaux du mihrab de la Grande Mosquée *Sidi Oqba* de **Kairouan** (862-863 ap. J.C., Tunisie), édifice de la Liste du patrimoine mondial de l'Unesco. Le savoir-faire à conserver est exceptionnel et correspond à l'une des inventions les plus complexes de l'Islam médiéval. Retrouver cette technique permettra, le cas échéant, de fabriquer un fac-similé des carreaux du mihrab de Sidi Oqba.

- Comment organiser *in situ*, le **sauvetage** d'une partie d'un autre site majeur de la liste du Patrimoine mondial, menacé par les conséquences du changement climatique en cours ? Il s'agit des **revêtements de céramique glaçurée** de la zone des bassins de l'*Ak Saray* (« palais blanc » ; 1380-1405 ap. J.C.), de l'empereur Timour à Shahrīsabz, près de Samarcande, en Ouzbékistan. Le site est emblématique pour ce pays, indépendant depuis peu car il concentre une part de ses racines identitaires. C'est en effet à proximité de Shahrīsabz, que naquit en 1336 ap. J.C., Timour Leng, connu en Occident sous le nom de Tamerlan.

3. Stratégie de recherche

Dans le cas de la re-création de décors de lustre métallique, en raison du caractère très approximatif des textes anciens retrouvés et traduits (Allan, 1973), et des essais infructueux d'autres chercheurs (Brill, 1970 ; Caiger-Smith, 1985) ou incomplets d'artisans contemporains (Girel, Kato, 1982 ; Calado et al, 2003), pourtant maîtres de leur art, il fallut se résoudre à recourir aux grands moyens. Ceux-ci ont consisté à compléter la base de données expérimentales du laboratoire, procéder à de nouvelles observations, notamment en microscopie électronique en transmission et surtout, adapter un four à bois du laboratoire, afin d'expérimenter en s'efforçant de maîtriser avec rigueur les paramètres expérimentaux et la reproductibilité des protocoles et... des résultats.

Dans le laboratoire, sur le thème du lustre métallique, deux thèses ont précédé celle-ci, consacrées pour l'essentiel à une interprétation théorique des phénomènes chromatiques observés (Bobin, 2001) et à la diffusion du procédé à partir du foyer mésopotamien, dans le

temps et dans l'espace (Chabanne, 2005). Cette thèse a prolongé et affinée autant que possible ces travaux.

Pour ce qui concerne la recherche préalable et l'« instruction » du dossier relatif au projet de conservation de l'Ak Saray, l'exercice fut une expérience très riche, car nous avons personnellement participé à toutes ses étapes. La finalité du projet étant un peu décalée par rapport aux missions habituelles du CRP2A de Bordeaux et de l'IRAMAT¹ (UMR 5060), c'est une association (FER-PACT, « Sciences et Patrimoine »), née pour l'essentiel de l'activité du CRP2A et dont nous sommes membres, qui en assumait la coordination, en étroite collaboration avec le CRP2A.

Dans un premier temps, les efforts ont porté sur la structuration d'un réseau de coopération Europe - Ouzbékistan, au titre d'une « Infrastructure action » de la Commission européenne (Agence INTAS en 2004-2005). Ensuite, en 2007 et 2008, grâce au soutien du Conseil Général de la Dordogne, au titre de sa politique dite de « coopération décentralisée » et ponctuellement du Conseil régional d'Aquitaine (Aide à des initiatives de solidarité internationale), une série d'expertises scientifiques et techniques est venue étayer et argumenter le projet, auprès de la Section « Patrimoine mondial » de l'Unesco.

Simultanément, en collaboration avec la Section « Musées et objets culturels » de l'Unesco, a été conçu et réalisé un prototype de « musée virtuel » de la Culture timouride intitulé « **Shacultim** » (**Shahrisabz** – **Culture** – **Timouride**), destiné aux personnes qui n'auront peut-être jamais la possibilité de se déplacer (pauvres, handicapés, personnes âgées,...). Il fut ouvert sur internet le 24 septembre 2009 à l'adresse suivante **www.culture-timouride.com** où il peut être librement et gratuitement consulté.

Enfin, point d'orgue à cette préparation, une délégation du Conseil Général de Dordogne, conduite par son Président, le Sénateur Bernard Cazeau, a effectué, du 4 au 11 mai 2010, une mission d'évaluation en Ouzbékistan. À l'issue de cette mission, la décision fut prise d'engager le processus de conservation. Une convention sera signée à l'automne 2010 dans ce sens.

4. Mots-clés

Céramique glaçurée – Conservation – Décor de lustre métallique – Re-création – Palais de Timour – Kairouan – Shahrisabz.

¹ IRAMAT – UMR 5060 : Unité Mixte de Recherche multi-sites (Belfort, Bordeaux, Orléans, Rennes), dont le CRP2A de Bordeaux est une des composantes.

MÉTHODOLOGIE GÉNÉRALE

Nous avons mis en œuvre au cours de cette étude, diverses méthodes d'analyse et d'imagerie mises à disposition dans notre laboratoire de **l'Université de Bordeaux 3**, ainsi qu'au Centre de Ressources en Microscopie Électronique et Microanalyse (CREMEM) de **l'Université de Bordeaux 1**. Elles permettent, seules ou combinées, la caractérisation physique des archéomatériaux ou des échantillons de re-créations contemporains.

Nous présentons ici un bref aperçu des différentes méthodes mises en œuvre regroupées par thématique de recherche :

- Observation de l'état de conservation et mémorisation de l'objet.
- Étude de la texture Observation et description de la texture
- Étude de la composition cristallographique
- Étude de la composition élémentaire
- Étude physique de la couleur
- Comportement thermodynamique des échantillons

1. Observation de l'état de conservation et mémorisation de l'objet

Mémorisation de l'objet

Dès leur arrivée au laboratoire les objets sont référencés sous un **numéro d'inventaire** (type **BDX 0000**) avec diverses informations :

- description : nature, poids, dimensions, couleur(s), état de conservation.
- la provenance (archéologie, musée, industrie ou artisanat) : lieu de mise au jour / fabrication, lieu de conservation, époque de fabrication, nom de l'atelier, etc.
- un ou plusieurs dessin(s)/photographie(s) pour l'identification,
- les contraintes / conditions du prêt et du retour des objets,
- un espace vierge pour y indiquer les résultats des analyses effectuées sur chaque objet.

Les objets sont ensuite systématiquement **photographiés** pour conserver une mémoire de leur état d'origine, ainsi que pour identifier les zones sur lesquelles seront fait les prélèvements et les analyses.

Le choix des paramètres de prise de vue variera en fonction du type d'objet à photographier (laves mates, poudres minérales, céramiques glaçurées brillantes, etc.).

Les échantillons à décor de lustre métallique et à décor doré, posent un souci de rendu visuel exact des reflets métalliques colorés. Le problème essentiel étant une surexposition du décor au moment de la réflexion spéculaire. Les paramètres déterminés par C.Ney (Ingénieur CNRS du laboratoire) pour résoudre ce problème sont : en mode spot ou ponctuel (selon les appareils), une ouverture du diaphragme imposée associée à un temps de pose relativement long (1 à plusieurs secondes) ce qui oblige à travailler sur pied. Les photographies prises ne présentent pas de problème de surexposition et permettent un rendu visuel des reflets métalliques colorés très proches de la vision directe.

Préparation en vue des analyses

La plupart des techniques d'analyse nécessitent un **prélèvement** sur l'objet pour étude en section. On se doit de conserver au maximum l'intégrité de l'échantillon et ne pas altérer la lisibilité du décor. Nous utilisons au laboratoire deux techniques de **sciage** :

- Tronçonneuse à disque diamanté de 0,7 mm d'épaisseur (Buehler-Isomet).
- Scie à fil diamanté de 0,3 mm de diamètre, Well 3241.

L'échantillon est ensuite **enrobé** dans une résine de type époxy (Araldite 2020) durcissant à froid. Après démoulage, l'échantillon est découpé à la scie à fil diamantée pour obtenir une coupe plane en section (« cross section »). L'objet inclus présente de fines stries et ne peut être étudié ainsi, la plupart des systèmes d'analyses nécessitant un poli dit « miroir ». Il subira donc en fonction de sa nature et des analyses à effectuer, plusieurs niveaux de **polissage** (eau, carborundum, diamant).

2. Observation et description de la texture

L'étude de la texture est réalisée sur une surface ou sur une section polie perpendiculaire à la surface de l'échantillon. Elle apporte un grand nombre d'informations sur l'état de conservation, les techniques de fabrication, températures de cuisson, etc. Pour cela nous utilisons :

- la *microscopie optique*
- l'*observation en cathodoluminescence (CL)*
- l'*observation en microscopie électronique à balayage (MEB)*
- le cas échant, l'*observation en microscopie électronique à transmission (MET/TEM)*

Observations en microscopie optique

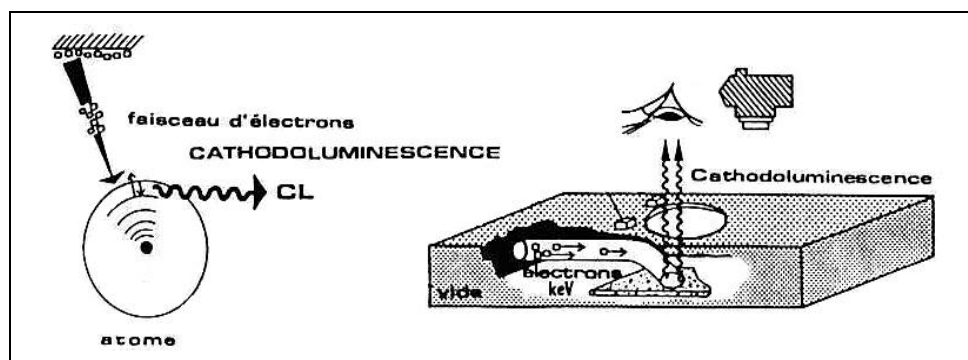
L'examen à la **loupe binoculaire** est l'étape initiale de l'étude de la **texture**. Elle permet d'analyser la cohésion (terre cuite – glaçure, verre, minéral, etc.) et de détecter d'éventuelles particularités des matériaux (altérations, défauts, etc.). L'appareillage utilisé au laboratoire est une loupe Wild Heerbrugg couplée à une caméra 3CCD Sony 930P. Les échantillons sont éclairés par des fibres optiques Olympus Highlight 3001 reliées à une lampe halogène. Le **microscope optique** utilisé durant cette étude est un OLYMPUS BX60 en réflexion diffuse ou à la réflexion spéculaire. Il permet d'observer, par exemple, le décor dans les deux modes de vision afin de compléter les observations visuelles relatives à la texture, la finesse des décorations et les altérations éventuelles (rayures, picots, desquamations), parfois visibles uniquement en réflexion spéculaire.

La microscopie optique permet d'observer les échantillons de manière assez fine, qu'il s'agisse d'un objet brut ou d'une section polie. On peut ainsi déterminer à l'avance les zones d'intérêt, notamment pour la cathodoluminescence et la microscopie électronique à balayage. Chaque objet est observé sous loupe ou microscope pendant une durée moyenne de 30 minutes.

La cathodoluminescence

La **cathodoluminescence** (CL) est l'émission de lumière visible d'un matériau soumis à un bombardement électronique. Ce phénomène limité à des échantillons isolants et semi-conducteurs, est dû à la désexcitation radiative de centres luminogènes qui sont

généralement des impuretés (terres rares, métaux de transition, etc.) ou des lacunes d'atomes ayant capturé une charge (un électron par exemple) (Schvoerer *et al*, 1986). Cette méthode permet de visualiser, grâce à leur couleur des émissions observées, la **répartition des luminogènes** et souvent, d'émettre des hypothèses sur leur nature (défauts, impuretés, etc.). L'échantillon poli (céramique glaçurée, verre, etc.) ou non (roche, etc.) est placé dans une chambre avant d'être soumis à un vide primaire et bombardé par un **faisceau d'électrons** extraits d'une lame de métal et accélérés (fig 2). Le **principe** est exactement le même que celui d'un **écran cathodique** (dans ce cas les émissions colorées proviennent de terres rares).



*Figure n 2 : On crée un faisceau d'électrons que l'on envoie bombarder un échantillon, en l'occurrence une terre cuite. Les minéraux de celle-ci, excités par l'apport d'énergie, vont se désexciter en émettant une lumière dans le visible : la cathodoluminescence (dessin : Ney ; Schvoerer *et al*, 1986).*

L'observation de la **couleur** émise en cathodoluminescence permet de mettre en évidence des **différences de texture** : la présence de cristaux de néoformation (dans la glaçure ou à l'interface terre cuite / glaçure), de cristaux non fondus dans la glaçure (Schvoerer *et al*, 1986) et différents types de cristaux dans le support céramique (dégraissants, impuretés).

L'appareillage du laboratoire pour l'observation visuelle comprend une chambre d'observation « Nuclide » dans laquelle est maintenu un vide primaire (50 m Torr), un canon à électrons et un système de réglage de la tension d'accélération (10 kV), de l'intensité et de la focalisation du faisceau d'électrons. L'enregistrement se fait à l'aide d'une caméra haute définition (Leica DC 300 FX) couplée à une loupe binoculaire (Wild Heerbrugg) disposant de 4 grossissements (x 6 ; x 12 ; x 25 ; x 50).

Observation en microscopie électronique à balayage

L'**imagerie** réalisée en microscopie électronique à balayage (**MEB / SEM**) (fig 3) permet d'examiner la texture et la microtexture des matériaux en section et en surface (terre cuite, glaçure, décor, etc.) à l'échelle du micromètre ($1 \mu\text{m} = 10^{-6} \text{m}$).

Un échantillon brut (surface, cassure fraîche) ou préparé (section polie) est introduit dans une **chambre d'analyse sous vide** (la pression variant en fonction du mode choisi). Un **filament de tungstène** chauffé à 2300°C génère un faisceau d'électrons de 20 keV, qui balaie la surface de l'échantillon point par point et ligne par ligne.

Lors de l'impact du faisceau avec l'échantillon, plusieurs types d'effets secondaires sont perceptibles : les **électrons secondaires** qui conduisent à une image de la surface observée, les **électrons rétrodiffusés** qui permettent d'observer le contraste de densité électronique de zones différentes du matériau et un **rayonnement X** qui permet une analyse élémentaire.

Les **électrons secondaires** extraits des couches atomiques superficielles (quelques nanomètres) sont de faible énergie. Ils permettent d'observer le relief de l'échantillon (fig 4a), mais on peut également observer la distribution d'atomes différents dans le cas de grandes différences de numéro atomique.

Les **électrons rétrodiffusés**, dont l'énergie est légèrement inférieure à l'énergie incidente (faisceau primaire), proviennent d'une profondeur de l'ordre de 10 à 100 nanomètres (cela varie en fonction de la nature des atomes rencontrés). Les images obtenues avec ces électrons présentent un contraste de composition. Le coefficient de rétrodiffusion (les électrons retournent dans la direction d'où ils ont été émis) étant fonction de la densité électronique, et donc du numéro atomique, on observe des différences qui se traduisent par :

- une surbrillance de l'image lorsqu'il y a une concentration d'atomes lourds,
- des niveaux de gris plus sombres lorsque l'on a des atomes de faible numéro atomique (ex : carbone C₆) et plus clairs pour des atomes de fort numéro atomique (ex : fer Fe₂₆).

Une image de ce type permet donc de localiser rapidement les hétérogénéités de composition chimique (fig 4b).

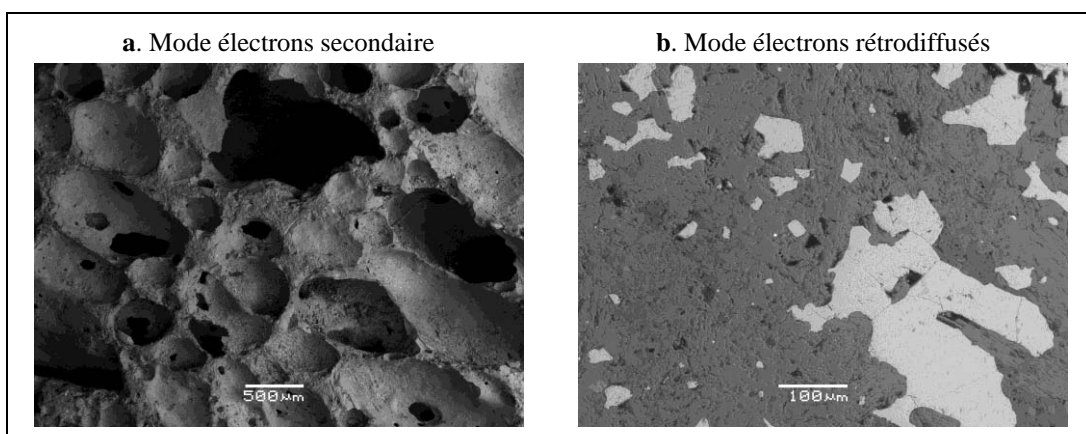
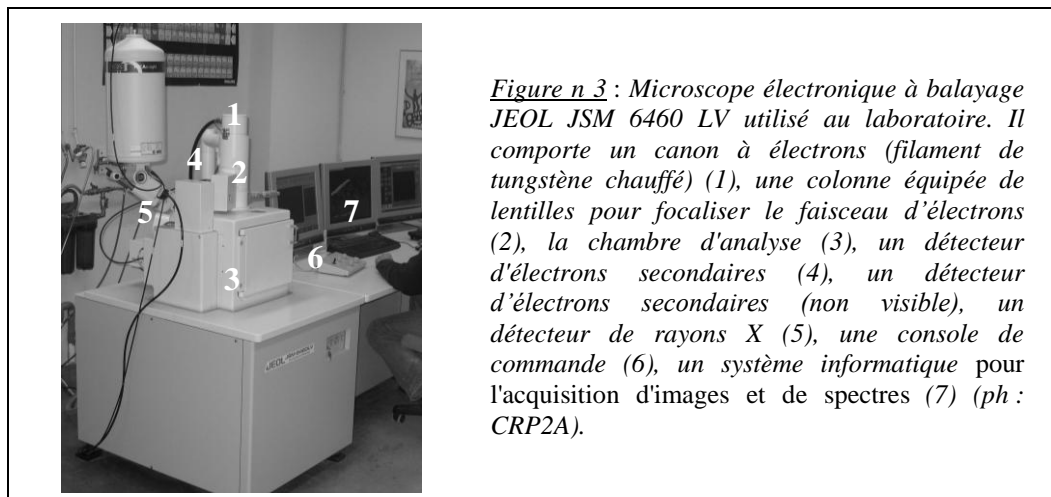


Figure n 4: a. Image en électrons secondaires d'une section d'un échantillon de lave de la coulée de 2002 du volcan Nyiragongo (République Démocratique du Congo) (BDX 9148). La lave a une texture alvéolaire qui traduit la présence de gaz piégés lors du refroidissement.

b. Image en électrons rétrodiffusés de la surface d'un échantillon de lapis-lazuli (Na, Ca)₈(Al, Si)₁₂O₂₄S₂ FeS-CaCO₃) d'Afghanistan (BDX 10145). Les contrastes chimiques mettent en évidence la présence de deux zones distinctes : en gris clair, de la pyrite (sulfure de fer) et en gris sombre, la matrice (lazurite, calcite, sodalite).

Microscopie Électronique en Transmission (MET ou TEM)

Comparée à la microscopie électronique à balayage, la **microscopie électronique en transmission** offre d'une part une meilleure **résolution** pouvant s'approcher de l'**échelle atomique** (grandissements variant de 10^3 à 10^6), d'autre part la possibilité de combiner avec l'image, l'analyse élémentaire (*voir EELS*) et la diffraction d'électrons.

Le TEM utilisé durant cette étude est un JEOL JEM-2200 FS du CREMEM (Centre de Ressources en Microscopie Électronique et Microanalyse) de l'Université de Bordeaux 1 (fig 5). Il possède une résolution de l'ordre du nanomètre.

La préparation pour l'observation en section consiste à couper dans l'échantillon deux lamelles de 2 mm de largeur parallèlement à l'orientation souhaitée. Les lamelles sont ensuite collées face à face, les couches à observer se retrouvant en vis à vis. Des sandwichs d'environ 500 μm d'épaisseur sont découpés puis polis mécaniquement. L'échantillon est aminci jusqu'à 20 à 40 μm avant d'être collé sur une rondelle de cuivre. L'amincissement ionique est réalisé par des ions Ar^+ à l'aide d'un PIPS (Precision Ion Polishing System). Cette étape est stoppée quand un trou apparaît au centre de la lame, l'étude étant possible dans les zones minces autour du trou (épaisseur $\approx 100^{\text{aines}}$ nm).

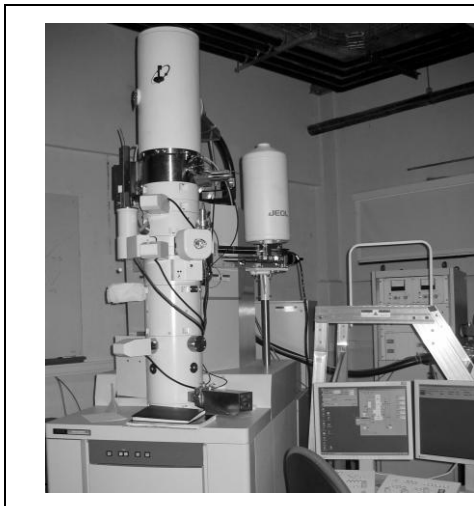


Figure n 5 : Microscope électronique en transmission JEOL JEM-2200 FS du CREMEM de l'Université de Bordeaux 1. La colonne est constituée d'un système d'excitation de l'échantillon (canon et lentilles condenseur) et d'un système de formation de l'image (lentilles objectifs, lentilles intermédiaires et projecteur). D'autres éléments (déflecteurs et stigmatiseurs) servent à aligner le faisceau d'électrons avec l'axe de la colonne et à corriger l'image. L'ensemble est soumis à un vide poussé, indispensable pour que les électrons puissent se propager librement avant et après l'échantillon. Une fois le microscope aligné, il est possible d'acquérir des images de l'échantillon avec une caméra numérique (Ph : Ollagnier)

3. Caractérisation cristallographique

L'étude de la composition cristallographique permet d'identifier la nature et la structure des matériaux cristallisés. Pour cela nous utilisons :

- la diffraction de rayons X (DX)
- la spectrométrie Raman

Diffraction de rayons X

La diffraction de rayons X est une méthode utilisée pour **identifier la nature** et la **structure des** roches, cristaux, minéraux, argiles. Elle résout les problèmes de composition, comparaison et détermination de la nature du support céramique (terre cuite ou fritte). La caractérisation des phases minérales cristallines (terres cuites, etc.) renseigne sur la température de cuisson du support argileux par la mise en évidence de phases dites "haute température" (la gehlénite et la wollastonite par exemple, apparaissent à partir de 870°C). Il faut souvent faire preuve

de prudence, car les différents passages au feu de la céramique, peuvent générer progressivement ces phases. En partant du postulat qu'un type d'argile chauffé à une température donnée induira les mêmes phases cristallines, on en déduira parfois un indice de provenance. Au laboratoire du CRP2A cette méthode est utilisée **conjointement** avec la **cathodoluminescence**, et permet de corréler les couleurs de luminescence avec la nature des phases cristallines présentes.

Les rayons X ont pour particularité d'être diffractés par les plans des cristaux (plans d'arrangement des atomes). Un faisceau de rayons X incidents de longueur d'onde λ ne sera réfléchi par une famille de plan (h, k, l) que dans la mesure où il rencontre ces plans sous un certain angle θ dit **angle de Bragg** tel que : $n \lambda = 2d \sin\theta$. Les rayons X sont générés par une anticathode de cuivre (plaque excitée par des électrons et émettant des rayons X) dans un domaine angulaire qui s'étend de 5° à 60° . Ce champ peut être réduit ou élargi en fonction des problématiques considérées.

L'échantillon réduit en poudre est irradié par le faisceau de rayons X selon un protocole déterminé (pas, durée d'acquisition, etc.). Le diffractogramme obtenu présente des raies caractéristiques des phases cristallines présentes. L'identification automatisée s'effectue à l'aide d'un logiciel basé sur les fiches de référence ASTM (American Society for Testing and Materials). La limite de détection est d'environ 2 %.

Spectrométrie Raman

La spectrométrie **Raman**, (du nom de son inventeur Sir Chandrashekhara Venkata Râman, prix Nobel de physique en 1930), fournit des informations sur la **nature des liaisons interatomiques** propres à des « motifs » ou à des molécules. Cette méthode **non destructive**, permet d'analyser, sans prélèvement, tous types de matériaux qu'ils soient **organiques** (tissus, résidus organiques, bois, ...) ou **minéraux** (amorphes, cristallins,...). Elle est utilisée afin de caractériser, par exemple, la nature : des cristaux contenus dans des glaçures (cassitérite, cristaux néoformés, etc.), des agents chromogènes des verres et des glaçures...

Le principe consiste à **analyser le rayonnement diffusé**, après interaction d'un rayonnement incident monochromatique (un laser dans le visible ou le proche infrarouge) avec un échantillon brut ou poli. Lors de l'acquisition d'un spectre l'intensité diffusée est 1000 à 10000 fois inférieure à celle du rayonnement incident.

Lors de la relaxation, le système peut revenir au niveau vibrationnel de départ : c'est la **diffusion Rayleigh**. S'il est différent, on parle de **diffusion Raman**. Quand le niveau atteint est de plus haute énergie que le niveau initial, on parle de **diffusion Raman Stokes**, si au contraire il est de plus basse énergie, on parle de **diffusion Raman anti-Stokes**. Une autre interaction peut avoir lieu, *la fluorescence*, dont l'intensité supérieure à la **diffusion Raman** peut parfois en masquer les raies. Il faut alors changer de point d'analyse ou de longueur d'onde (laser).

L'analyse Raman couplée à un microscope confocal permet de réduire les zones d'analyse jusqu'à un diamètre de quelques micromètres et d'analyser en profondeur les matériaux transparents. Cet appareillage est de plus, doté d'un système d'imagerie globale à deux dimensions, permettant une acquisition rapide sur des surfaces d'un diamètre pouvant atteindre 300 μm et d'une sonde de mesure par fibre optique pour l'étude à distance (fig 6).

Le spectre Raman est parfois considéré comme une "**empreinte vibrationnelle**" du composé, ce qui permet de l'identifier.

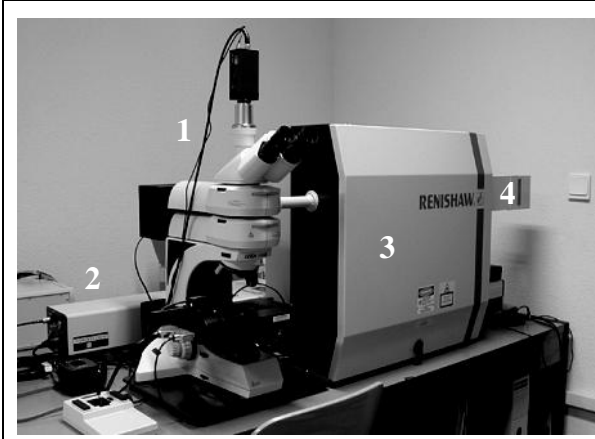


Figure n 6: L'équipement de spectrométrie Raman utilisé au laboratoire (Renishaw RM 2000) comprend : un microscope confocal équipé d'une platine télécommandée et couplée à une caméra CCD (1), les lasers (2), les réseaux adaptés aux lasers (3), ainsi qu'un détecteur (4).

Trois lasers différents équipent l'appareillage : un laser à diode vert (longueur d'onde : 514 nm), un laser hélium-néon rouge (longueur d'onde : 633 nm), - un laser à diode dans le proche infrarouge (longueur d'onde : 785 nm) (ph : CRP2A).

4. Étude de la composition élémentaire

L'identification des éléments constitutifs d'un échantillon est une démarche incontournable. Elle permet de remonter aux caractéristiques technologiques du support céramique, de la glaçure (alcaline et/ou plombifère), de sa couleur (stannifère) et des décors (mise en évidence d'éléments chromogènes : fer, cobalt, cuivre, argent...). Pour cela nous avons utilisé :

- l'analyse élémentaire par fluorescence de rayons X en dispersion d'énergie (EDS)
- l'analyse en perte d'énergie (EELS)
- la cartographie de rayons X

Analyse élémentaire par fluorescence X en dispersion d'énergie (EDS)

Un système de détection par fluorescence X en dispersion d'énergie ou EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy), couplé à la microscopie électronique à balayage, permet une approche **qualitative** (éléments) et **quantitative** (pourcentage pondéral d'oxydes ou d'atomes, etc.) de la **composition élémentaire** des matériaux. Nous révélons ainsi des **altérations** et trouvons des **indices** technologiques sur les supports céramiques (terre cuite ou fritte siliceuse), des verres et des glaçures (alcalins, plombifères, stannifères, etc.) et sur les décors (fer, cobalt, cuivre, argent...).

Avant toute analyse élémentaire, une **calibration** est effectuée à partir des raies de fluorescence du cobalt. Les données quantitatives sont calculées à partir de **standards** fournis avec le système d'analyse (dans notre cas, Oxford Instruments). Il s'agit de métaux, de composés de synthèse et de minéraux naturels (tableau 1). Il est toutefois possible d'effectuer des calibrations avec d'autres standards si l'utilisateur le souhaite.

L'analyse élémentaire quantitative par fluorescence X en dispersion d'énergie, nécessite de disposer de **surfaces planes et polies**. Les échantillons peu conducteurs comme les verres et les glaçures, doivent être **métallisés** (carbone, argent, or, etc.) afin d'éviter des effets de charge (accumulations d'électrons) qui perturbent l'analyse. Quand des électrons d'une énergie appropriée rencontrent la surface de l'échantillon, tous les atomes de la zone bombardée se désexcitent en émettant des **rayons X caractéristiques** de l'atome. Expérimentalement, ils se présentent sous forme de **raies de fluorescence** dont l'énergie et l'intensité sont **spécifiques** de chaque élément.

Pour une tension d'accélération de 20 keV (1 keV = 10^3 eV), les spectres obtenus donnent un signal perceptible jusqu'à 17 keV. C'est pourquoi nous utilisons pour le calcul

plusieurs séries de « raies » de fluorescence X en fonction de l'élément considéré. Pour des **comparaisons** avec des analyses effectuées antérieurement, les résultats sont exprimés en **pourcentages pondéraux d'oxydes**. Les résultats normalisés à 100 % représentent la moyenne de cinq à dix mesures effectuées sur des zones différentes mais d'aire identique.

Au laboratoire, l'équipement d'analyse par fluorescence X en dispersion d'énergie est **couplé à un microscope électronique à balayage** (Jeol JSM 6460 LV) (*voir MEB*) qui permet l'analyse qualitative et quantitative des éléments majeurs (> 10 %) et mineurs (entre 10 et 1 %). Le détecteur utilisé est un **crystal semi-conducteur Si:Li** (silicium dopé au lithium) refroidi à -196 C° par de l'azote liquide. Il transmet les données à un analyseur multicanaux qui donne un **spectre en dispersion d'énergie**. Ce système est relié à un logiciel informatique, Inca Energy d'Oxford Instruments, qui permet l'acquisition, le traitement et le stockage des données.

Comparaison des mesures effectuées au CRP2A avec des standards						
Wollastonite (CaSiO ₃)						
Mesures	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	SiO ₂	K ₂ O	CaO	Total
CRP2A HV	nd	nd	52.36 ± 0.21	nd	47.64 ± 0.21	100
CRP2A LV	nd	nd	52.39 ± 0.08	nd	47.61 ± 0.08	100
Oxford	nd	nd	51.72	nd	48.27	99.99
Albite (NaAlSiO ₄)						
Mesures	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	SiO ₂	K ₂ O	CaO	Total
CRP2A HV	10.37 ± 0.06	18.64 ± 0.16	70.65 ± 0.12	0.18 ± 0.04	0.16 ± 0.03	100
CRP2A LV	10.45 ± 0.15	18.49 ± 0.1	70.60 ± 0.18	0.25 ± 0.00	0.2 ± 0.05	100
Oxford	11.46	19.77	68.14	0.23	0.38	99.98

Des analyses élémentaires effectuées sur des standards d'Oxford Instruments (S-N 0107, mesures en spectrométrie de photoélectrons X) ont permis de comparer les données du fournisseur avec celles mesurées au laboratoire en vide poussé (HV) ou « basse pression » à 20 Pa (LV). Il s'agit ici de deux minéraux que l'on peut retrouver dans les céramiques : la wollastonite et l'albite. On observe pour les données issues du laboratoire, un léger surdosage systématique des teneurs en silicium (en SiO₂) quel que soit le mode d'analyse (HV ou LV) que l'on attribue au détecteur Si : Li. Ce surdosage se traduit par une sous évaluation des teneurs en calcium (CaO) et en aluminium (Al₂O₃).

Tableau n 1 : Comparaison entre des étalons fournis par Oxford Instruments et les données du laboratoire du CRP2A (détecteur Si : Li et logiciel de traitement Inca d'Oxford Instruments).

La cartographie de rayons X

La **cartographie de rayons X** est une méthode semi-quantitative couplée à la microscopie électronique à balayage. Elle permet de caractériser la **distribution des éléments**. L'imagerie électronique couplée à l'analyse élémentaire apporte un grand nombre d'informations. Cette distribution est un facteur important, car elle permet de caractériser l'association ou l'échange de certains atomes.

En pratique, on réalise le **spectre de fluorescence X** de la zone à analyser, puis on choisit les **éléments** à cartographier (Ca, Fe, Ag, Cu, etc.). Le système fait l'analyse point par point de la zone (pas de 1 à 2 µm) et marque d'un pixel blanc chaque point détecté ayant une énergie correspondant à l'élément choisi. Par exemple l'aluminium (Al Ka1) se situera à 1.4987 KeV et l'argent à 2.984 KeV (Ag La1) et 22.163 KeV (Ag Ka1). Chaque élément sera représenté indépendamment des autres, sous forme d'images qui sont ensuite interprétées.

La spectroscopie par pertes d'énergie d'électrons

La **spectroscopie par perte d'énergie d'électrons** (EELS) est une méthode d'analyse couplée à la microscopie électronique en transmission. Le principe de l'EELS est de mesurer les **pertes d'énergie** caractéristiques d'électrons après **diffusion inélastique** par la surface d'un solide.

L'interaction électron-matière peut produire une modification du rayonnement sous l'effet de la matière. L'analyse du rayonnement après traversée de la matière peut mettre en évidence des modifications, dont une diminution de l'énergie (**pertes d'énergie**) et un changement de direction du vecteur d'onde (**diffusion inélastique**). La matière peut aussi être modifiée sous l'action du rayonnement. L'énergie perdue par les électrons est alors transférée aux atomes de la matière sous différentes formes (énergie de vibrations thermiques, etc.). Une partie de cette énergie peut être réémise sous forme de **rayonnements secondaires** (rayons X, etc.).

Un spectre EELS peut être considéré comme l'histogramme du **nombre d'électrons collectés en fonction de la perte d'énergie subie**. Les dispositifs expérimentaux d'acquisition des spectres, sont constitués de secteurs magnétiques associés à un système de détection. A la traversée du ou des secteurs magnétiques, les électrons prennent des trajectoires différentes selon leur énergie. On partage les spectres en plusieurs parties délimitées, d'une part, par la valeur de l'énergie considérée et d'autre part à l'intérieur d'une même zone par les types de « signatures » observables :

- La zone des « **faibles pertes** » (≤ 50 eV) correspond à l'excitation collective des électrons de valence du matériau,
- La zone des « **fortes pertes** » ou « pertes lointaines » (≥ 50 eV) présente des signaux correspondant aux excitations individuelles d'**électrons de cœur** des atomes du matériau.

L'analyse élémentaire quantitative, relie l'intensité du signal mesuré au nombre d'atomes dans le volume analysé. La détermination des concentrations se réduit donc à la mesure des intensités des signaux caractéristiques et à leur comparaison.

5. Étude physique de la couleur

L'étude physique de la couleur d'un échantillon permet d'identifier de manière objective la couleur, ainsi que les chromogènes responsables de la couleur de la matière, qui fournissent de précieuses indications sur la méthode de fabrication de l'objet. Pour cela nous utilisons :

- *perception de la couleur et chromamétrie*
- *la spectrométrie d'absorption optique (SAO) pour les mesures d'absorbance*
- *la spectroradiométrie pour les mesures de réflectance*

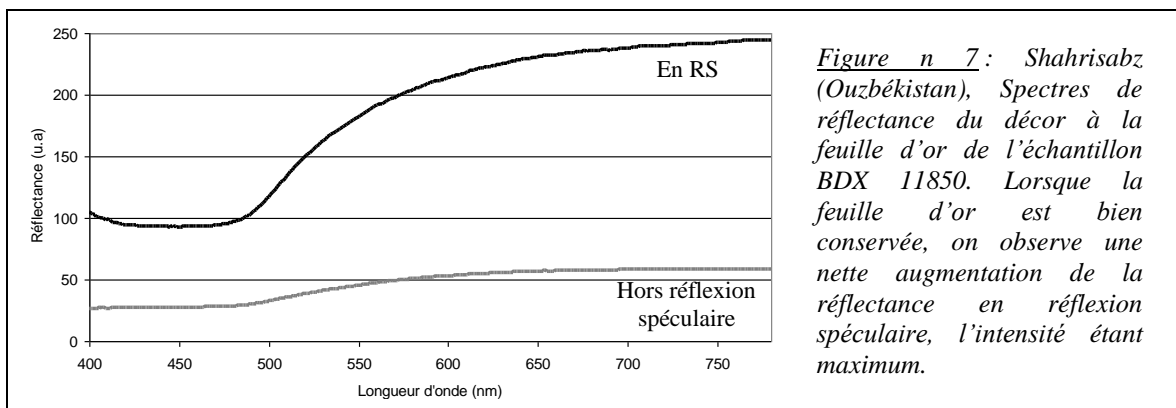
Perception de la couleur et chromamétrie

La **perception** et la manière dont nous définissons une **couleur** en tant qu'êtres humains est **subjective** et dépend de notre éducation et culture. En effet, elle dépend de la sensibilité spectrale de l'œil, de l'objet, de la lumière incidente et de la culture de l'observateur. Il convient de substituer par des mesures physiques le vocabulaire habituellement utilisé pour décrire les couleurs. Il en ressort que l'apparence visuelle présente trois paramètres élémentaires :

- La teinte (λ_d) est définie par la longueur d'onde λ_d qui est la caractéristique fondamentale de la lumière analysée. Dans le système Yxy en plus de cette longueur d'onde, la couleur se définit par ses coordonnées chromatiques (x et y de la théorie RVB – CIE 1931).

- La saturation ou pureté d'excitation d'une couleur (**Pe**) correspond à un point de longueur d'onde déterminée sur la courbe de l'espace Yxy. Ce point peut être relié au point représentatif du blanc (x : 0.33, y : 0.33) par une géodésique le long de laquelle tous les points sont à la même longueur d'onde. Si le point représentatif se trouve près du blanc la couleur est très pâle. S'il est proche de la courbe de saturation, la couleur est saturée et sa position entre les 2 détermine son degré de saturation ou de pureté.

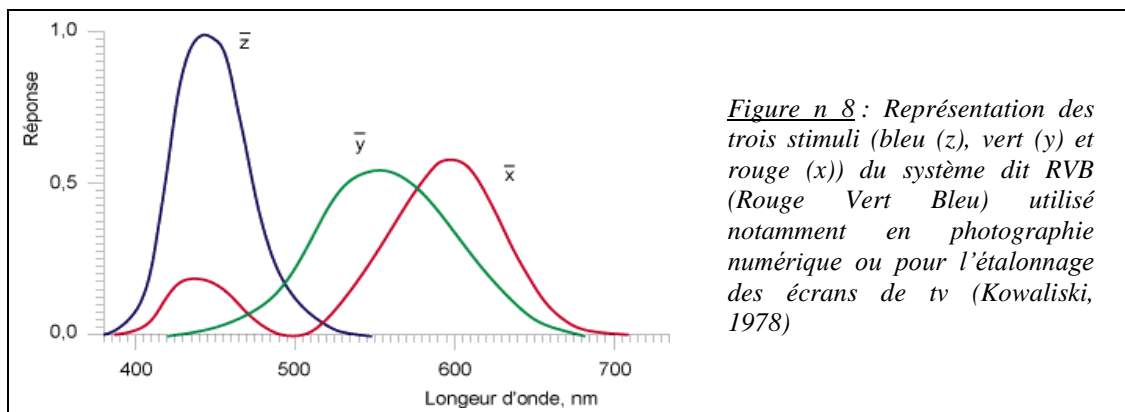
- La luminosité ou réflectance (L) est l'intensité réfléchiée mesurée relativement à l'intensité incidente. Elle permet d'apprécier l'éclat d'un objet. La luminosité s'exprime en candelas par mètre carré (cd/m²) (fig 7), mais en pratique, elle est souvent normalisée à 1 ou 100 unités en fonction de la réflectance d'un blanc de référence.



La description conventionnelle de la couleur ou **chromamétrie** se compose d'un ensemble de paramètres, représentations et méthodes d'analyses. Nous nous attarderons ici sur deux types de représentations conventionnelles utilisées couramment au laboratoire : Y x y (CIE 1931) et L*a*b* (CIE 1976) (Kowaliski, 1978).

La chromamétrie repose sur le fait que toute « impression de couleur » peut être reproduite par la **combinaison** de trois **couleurs primaires**; les " **tristimuli**" (fig 8) :

- X : 600 nm pour le stimulus **rouge**,
- Y : 530 nm pour le stimulus **vert**,
- Z : 450 nm pour le stimulus **bleu**.



La Commission Internationale de l'Éclairage (CIE) a réalisé une synthèse des résultats expérimentaux sur la vision et a normalisé des systèmes qui permettent d'exprimer avec précision les sensations colorées. Ce sont les "Observateurs » (ou diagramme) dont le premier, réalisé en 1931, est dit **CIE 1931** ou **Yxy**. Cet observateur ne permettant pas d'observer nettement de faibles écarts de teintes, d'autres systèmes ont été créés ($L^*a^*b^*$, $L^*u^*v^*$, L^*C^*h) selon les besoins des utilisateurs (industrie des peintures, textiles, etc.).

Le diagramme Yxy (CIE, 1931) (fig 9a) : ce diagramme indique les proportions des tristimuli x (rouge) et y (vert) présents dans la lumière réfléchiée au niveau de l'aire examinée. Y représente la réflectance. Toutes les couleurs situées à la périphérie du diagramme sont des couleurs à leur maximum de saturation. Ces couleurs, dites pures, sont repérées par leur longueur d'onde dominante. La ligne droite qui referme le diagramme est purement géométrique. Elle représente la ligne des magenta, pourpre, violet, etc., issue du mélange du bleu (z) et du rouge (x). Des couleurs sombres ou claires ayant les mêmes proportions sont représentées par le même point. Le blanc ou les différents niveaux de gris, sont situés dans la zone centrale. Le diagramme Yxy permet de calculer la longueur d'onde dominante, sa complémentaire et la saturation d'un échantillon (P_e) par rapport au blanc théorique situé aux coordonnées $x = 0,333$ et $y = 0,333$.

*Le diagramme $L^*a^*b^*$ (CIE, 1976)* (fig 9b) : L'uniformité du diagramme colorimétrique $L^*a^*b^*$ est meilleure et plus adaptée à la mesure des écarts de couleurs que le Yxy. Celui-ci est toujours utilisé malgré tout et sert de base au système actuel. Le CIE 1976 permet de caractériser de faibles écarts de couleur, tout en restant fidèle au diagramme Yxy, les nouvelles coordonnées obtenues étant la résultante d'une transformation non linéaire des composantes du CIE 1931. Y, x et z sont remplacés par :

- la *clarté* L^* , qui va de 0 (noir) à 100 (blanc),
- la *composante* a^* représente la coordonnée de la couleur sur l'axe rouge - vert ($a^* > 0$ rouge, $a^* < 0$ vert) en passant par le blanc si la clarté vaut 100, ou par le noir si elle vaut 0.
- la *composante* b^* représente coordonnée de la couleur sur l'axe jaune - bleu ($b^* > 0$ jaune, $b^* < 0$ bleu) en passant par le blanc si la clarté vaut 100, ou par le noir si elle vaut 0.

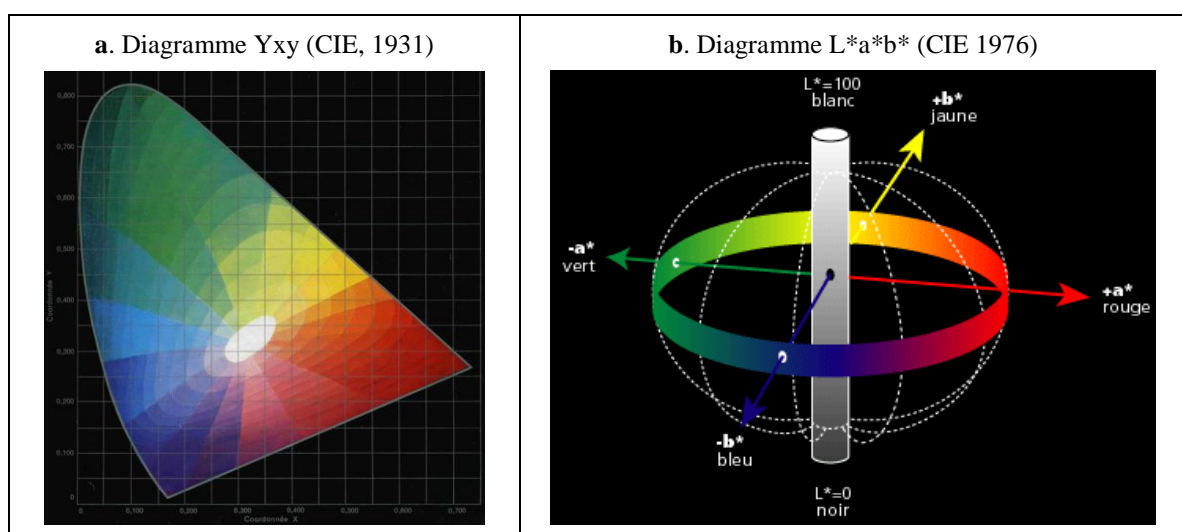


Figure n 9 : a. Diagramme Yxy (CIE, 1931) avec ces différents domaines chromatiques (Société Philips).

*b. Diagramme $L^*a^*b^*$ en trois dimensions, établi par la Commission Internationale de l'Éclairage en 1976. Ce système permet d'obtenir une meilleure visualisation des faibles écarts de couleurs qu'avec le système Yxy (Kowaliski, 1978).*

La spectroscopie d'absorption optique (SAO)

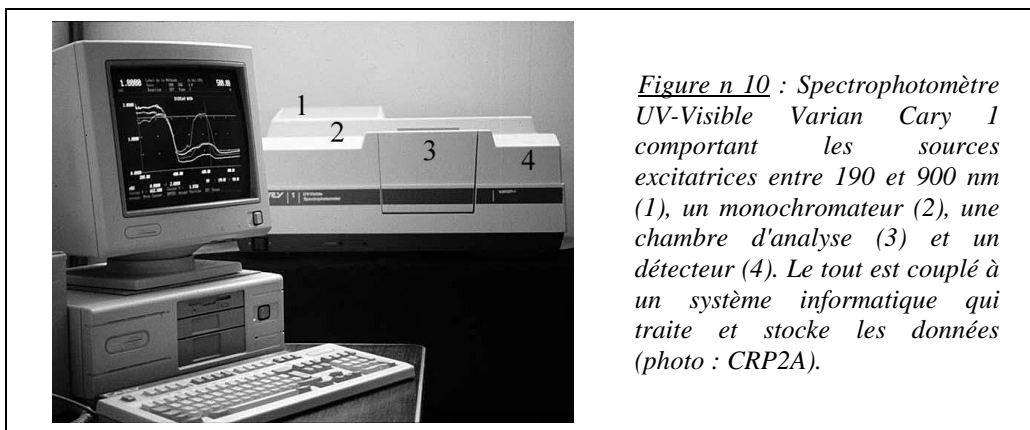
La spectroscopie d'absorption optique permet de déterminer l'**absorption d'un chromogène** dans un matériau. On en déduit éventuellement la nature du chromogène, son '**environnement** et le degré d'**oxydation** : fer, cuivre, cobalt, etc.

Elle consiste à mesurer pour chaque valeur de la longueur d'onde, le rapport de flux de photons transmis/réfléchi par rapport au flux de photons incidents. Les mesures peuvent s'effectuer dans l'UV (moins de 400 nm), dans le visible (400-700 nm) ou dans l'infrarouge (780 à 3300 nm), en fonction du type d'appareil et des matériaux à analyser.

En pratique, un faisceau de **lumière monochromatique** (les longueurs d'onde ont été déterminées à l'avance) est envoyé sur l'échantillon. Le faisceau sera plus au moins **absorbé** par le matériau coloré. Un second faisceau est projeté simultanément sur un blanc référence (Poly-Tétra-Fluoro-Éthylène) qui permet la calibration du système et la mesure du bruit de fond. La dimension de la zone analysée est d'environ 1 cm².

Deux modes de travail sont utilisés en fonction de l'opacité ou de la transparence de l'objet. Dans le cas des matériaux opaques la mesure s'effectue en **réflexion** diffuse, grâce à une sphère d'intégration qui dirige le signal transmis par l'échantillon vers le détecteur. Quand les matériaux sont transparents (verre, plastique, etc.), les mesures s'effectuent en **transmission**, le faisceau passant à travers l'échantillon.

L'équipement du laboratoire est un spectrophotomètre UV-Visible (Cary 1, VARIAN) (fig 10) qui utilise deux sources excitatrices. La première est une lampe au deutérium qui balaye entre 190 et 310 nm (UV), puis une lampe au tungstène prend le relais jusqu'à 900 nm (proche IR). Les échantillons peuvent être introduits dans la chambre sous forme de poudre ou entiers (selon leur encombrement). Les résultats sont transmis à un système informatique qui les traite sous forme de spectres (ex : le Co²⁺ en matrice vitreuse présente des pics à 530, 590 et 650 nm) (Lajarte, 1979 ; Rafailac-Desfosses, 1994). Lorsque les pics d'absorption ne sont pas assez bien résolus ou difficilement interprétables, on peut « dériver » les spectres, la dérivée offrant une meilleure résolution.



La spectroradiométrie

L'étude de la couleur des décors de lustre métallique présente la difficulté due à son double aspect. Elle nécessite un appareillage particulier permettant l'analyse en **réflexion diffuse** et **spéculaire** : un spectroradiomètre. Dans notre cas, **portable** pour réaliser des mesures in situ.

Le **spectroradiomètre** utilisé au laboratoire est un Minolta CS1000 portable (fig 11) (format caméra de télévision), qui réalise en **laboratoire** ou *in situ*, l'analyse spectrale entre 380 à 780 nm, de la lumière réfléchie par un objet (céramique, verre, etc.) ou de la lumière émise par une source lumineuse (Led, néon, écran TV, etc.).

La lumière réfléchie par la zone examinée (jusqu'à 3 mm de diamètre) est transmise par une fibre optique jusqu'à un réseau de diffraction. Elle est dispersée, puis focalisée sur une barre de photodiodes. La lumière est transformée en signaux électriques qui seront convertis en **données** (Yxy, L*a*b*, etc.) et **spectres de réflectance**.

Le système de visée et les objectifs permettent de localiser de façon précise la zone à analyser et de la réduire à un disque de **2 mm de diamètre** (dans le cas des objectifs que comporte l'appareillage du laboratoire). La distance d'analyse peut varier de 20 cm à quelques mètres. Le système est optimisé pour travailler en « ambiance D65 », qui correspond à la lumière du jour (d'autres ambiances existent) et calibré pour chaque série d'expériences et de réflectance (ou luminance) à l'aide d'un blanc référence.



Figure n 11: Spectroradiomètre portable Minolta CS1000 in situ (Musée de la Céramique de Caltagirone, Italie) en cours de calibration avec un blanc référence Spectralon® SRS-99-020, de la société Labsphère® (ph : CRP2A).

6. Comportement thermodynamique des échantillons

Les propriétés thermodynamiques sont mesurées par l'**analyse Thermique Différentielle (ATD)**. Cette méthode consiste à mesurer la chaleur libérée ou absorbée par un échantillon au cours de transformations physiques ou chimiques qu'il subit lors d'une montée ou descente en température. L'analyse est dite différentielle car la valeur mesurée correspond à la différence de températures de deux matériaux soumis aux mêmes conditions de températures : un corps inerte de référence (Al_2O_3) et l'échantillon.

L'analyse Thermo-gravimétrique (ATG) : permet de mesurer les variations de masse (dont les dégagements de produits volatils) d'un échantillon au cours de la montée en température.

L'application de l'ATD-ATG aux matériaux d'origine archéologique permet notamment de mettre en évidence :

- des phénomènes de transformations de phases,
- d'identifier certaines phases cristallines présentes (phénomènes endo ou exothermiques à des températures caractéristiques),
- de mesurer la température de transition vitreuse, c'est-à-dire le domaine de températures dans lequel elle ramollit sans avoir atteint sa température de fusion.

PREMIÈRE PARTIE

LUSTRE MÉTALLIQUE : CONSERVATION D'UN SAVOIR-FAIRE

Chapitre 1

- I. Problématique
- II. État des connaissances au début de la recherche
- III. Le support du décor

Chapitre 2

- I. Caractérisation physique du décor de lustre métallique de Kashan (Perse, XIII-XIV^{ème} s. ap. J.C.)
- II. Caractérisation physique du décor de lustre métallique de tessons mis au jour à Jâm (Afghanistan, XIII-XIV^{ème} s. ap. J.C.)
- III. Lustre métallique : un nouveau modèle théorique
- IV. Composition, préparation et application du mélange lustrant
- V. Production de carreaux à décors de lustre métallique
- VI. Essais de re-cr ation de d cors de lustre m tallique d'apr s le mod le de Kairouan

Chapitre 3

- I. Bilan
- II. Bibliographie
- III. Glossaire

LUSTRE MÉTALLIQUE : CONSERVATION D'UN SAVOIR FAIRE

Chapitre 1

I. Problématique

II. État des connaissances au début de la recherche

III. Le support du décor

Note : les termes suivis d'un astérisque (*) sont définis dans le glossaire.

I. Problématique

1. Enjeu

L'enjeu est d'apporter à titre préventif une contribution qui s'avèrera peut-être un jour déterminante, à la sauvegarde de cette partie du patrimoine universel que l'Unesco désigne sous le nom de « **sources documentaires de l'Humanité** ». L'investigation concerne un matériau composite du passé, véritable « fil rouge » de notre démarche, la **céramique glaçurée de l'architecture**.

2. Problématique

Comment re-créeer au laboratoire, un **décor de lustre métallique** ?

Le résultat doit associer, à l'issue d'une même « cuisson », sur un même carreau, des reflets métalliques de différentes couleurs, comme c'est le cas pour la « **référence** » choisie : les décors des **carreaux** du mihrab de la Grande Mosquée *Sidi Oqba* de **Kairouan** (862-863 ap. J.C., Tunisie), édifice de la Liste du patrimoine mondial de l'Unesco. Le savoir-faire à conserver est exceptionnel et correspond à l'une des inventions les plus subtiles de l'Islam médiéval. Retrouver cette technique permettra, le cas échéant, de fabriquer un fac-similé des carreaux du mihrab de Sidi Oqba.

3. Stratégie de recherche

Dans le cas de la re-création de décors de lustre métallique, en raison du caractère très approximatif des textes anciens retrouvés et traduits (Allan, 1973), et des essais infructueux d'autres chercheurs (Brill, 1970 ; Caiger-Smith, 1985) ou incomplets d'artisans contemporains (Girel, Kato, 1982 ; Calado et al, 2003), pourtant maîtres de leur art, il fallut se résoudre à recourir aux grands moyens. Ceux-ci ont consisté à compléter la base de données expérimentales du laboratoire, procéder à de nouvelles observations, notamment en microscopie électronique en transmission et surtout, adapter un four à bois du laboratoire, afin d'expérimenter en s'efforçant de maîtriser avec rigueur les paramètres expérimentaux et la reproductibilité des protocoles et des résultats.

Dans le laboratoire, sur le thème du lustre métallique, deux thèses ont précédé celle-ci, consacrées pour l'essentiel à une interprétation théorique des phénomènes chromatiques observés (Bobin, 2001) et à une étude de la diffusion du procédé à partir du foyer mésopotamien, dans le temps et dans l'espace (Chabanne, 2005). Cette thèse a prolongée et affinée autant que possible ces travaux.

4. Mots-clés

Céramique glaçurée – Conservation - Décor de lustre métallique- Kairouan – Mésopotamie - Re-création – Savoir faire

II. Etat des connaissances au début de la recherche

1. Caractéristiques physiques d'un décor de lustre métallique sur céramique glaçurée

1.1. Définition

La **céramique glaçurée** se compose d'un support céramique (terre cuite ou fritte*), sur lequel est soudée une glaçure (un verre) qui sert à imperméabiliser et/ou décorer. C'est sur ce type de support qu'étaient réalisés les **décor de lustre métallique**.

Ce décor est caractérisé par un double aspect, dont l'origine est sujette à plusieurs approches théoriques parfois contradictoires (Bobin *et al*, 2003 ; Lafait, 2003 ; Reillon, 2008 ; Terrien, 2008). L'approche actuelle du laboratoire sera présentée dans le chapitre III.

Premier aspect : Il correspond à une **vision en réflexion diffuse** (peu importe l'angle d'incidence), la plus couramment observée. Le décor sera alors vert, ocre jaune, brun ou exceptionnellement rouge (fig 12).

Second aspect : Il est observé à la **réflexion spéculaire** (quand l'angle d'incidence est égal à l'angle de la lumière réfléchié). Dans ce cas bien précis, le même décor présentera une **augmentation d'intensité** ainsi que des **reflets métalliques colorés**. Ces reflets (d'où la technique tire son nom), peuvent avoir toutes les couleurs du spectre visible (bleu, doré, rouge, vert, orange, etc.) (fig 12) (Bobin *et al*, 2003).

Pour décrire un décor de lustre métallique il faut toujours indiquer ou **montrer ces deux aspects**. L'absence crée obligatoirement le doute sur la nature du décor, ce qui est encore bien trop fréquent actuellement.

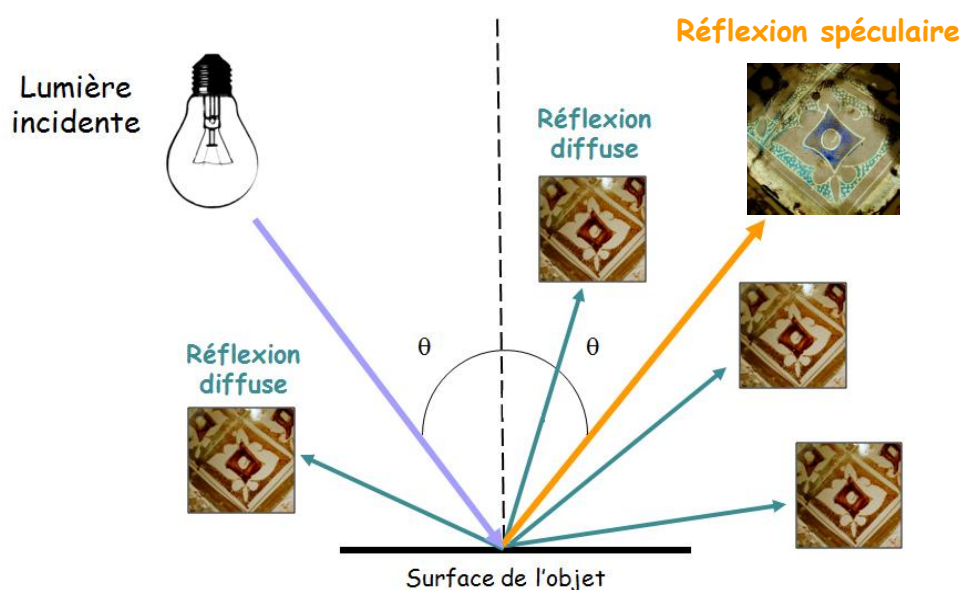


Figure n 12 : Observation des deux aspects d'un décor de lustre métallique. En réflexion diffuse et à la réflexion spéculaire, quand apparaît le reflet métallique coloré (ph : M. Schvoerer, 1998). Les deux phénomènes existent simultanément, mais l'observateur ne pouvant avoir qu'une seule position à la fois, il n'en perçoit qu'un.

1.2. Obtention d'un décor de lustre métallique

Grâce à plusieurs travaux (Brill, 1970 ; Bobin *et al*, 2001 ; Bobin *et al*, 2003), ont sait que le décor de lustre métallique se compose de **colloïdes** (ou **nanoparticules**) **métalliques** de cuivre et/ou d'argent qui se trouvent, non à la surface, mais enfouis **dans la glaçure**, parallèlement à la surface. C'est cette combinaison particules + enfouissement qui variait en fonction des foyers de production et donnait ses caractéristiques au décor de lustre métallique... Les nanoparticules métalliques doivent être créées et pénétrer dans la glaçure, ce qui s'effectue par étapes durant une cuisson réductrice.

1.2.I. Le mélange lustrant

Le **mélange lustrant** s'applique sur **glaçure cuite** lors d'une **ultime cuisson** de la pièce (2 ou 3^{ème} cuisson). Il se compose (entre autres) de **sels métalliques** de cuivre et/ou d'argent (sulfates, sulfures, métaux, etc.) finement broyés avec de l'**ocre** ou de l'argile qui sert de liant (Allan, 1973).

Cette poudre est transformée en pâte par l'ajout d'**acide acétique** (vinaigre, verjus) qui permet la dissociation des sels, c'est-à-dire la formation des ions Ag^+ et Cu^{2+} et facilite leur pénétration dans la glaçure (Bobin *et al*, 2001 ; Bobin *et al*, 2003 ; Orel *et al*, 1993).

Le mélange qui a la fluidité de la **peinture** est alors appliqué au **pinceau** ou au **calame*** sur la glaçure. Après **séchage**, il subira une **cuisson** jusqu'à 550°C, d'abord oxydante, puis réductrice. Durant cette montée en température vont se produire de nombreux phénomènes conduisant à la formation des colloïdes et que nous décomposons en plusieurs étapes.

1.2.II. 1^{ère} étape : l'échange ionique

Lors de la montée en température se produit un **échange ionique** permettant la **pénétration** des **ions métalliques** dans la **matrice vitreuse** (Shelby and Vitko, 1982 ; Annequin, 1992). Cet échange se fait entre les ions **alcalins** du verre (Na^+ et K^+) très mobiles et les ions métalliques (Ag^+ et/ou Cu^+). Pour les **ions cuivre et argent**, cette température d'échange est optimale entre **250° et 450°C** (Ahmed et Abd Allah, 1997).

La bibliographie donne des informations contradictoires concernant ces échanges d'ions dont certains seraient préférentiels : K^+ et Ag^+ (Auger and Najafi, 1994), Cu^+ et Na^+ (Marquez *et al*, 1995)¹, etc. Le rapport de diffusion alcalins/métaux étant lui aussi différent il est impossible de savoir quelle quantité d'ions a pénétré dans la glaçure (Bobin, 2001). Les auteurs ne les expliquant pas réellement, nous avons préféré considérer un échange global, la pénétration d'ions métalliques dans un verre n'étant pas un phénomène équilibré (Bobin, 2001 ; Bobin *et al*, 2003 ; Gonella *et al*, 1998).

1.2.III. 2^{ème} étape : la migration des ions métalliques

La **migration** des ions dans la matrice vitreuse est due à l'**agitation thermique** (température de chauffage). La **nature** de la **matrice vitreuse** est aussi un facteur important pour la migration des ions, car ses composés et leurs teneurs vont influencer l'échange, certains le **facilitant** (Na, K), d'autres le **freinant** (Al) (Houde-Walter *et al*, 1993).

La **profondeur** de **pénétration** des ions varie selon les productions. Dans le cas des productions **mésopotamiennes** (IX-X^{ème} s ap J.C.), les particules sont enfouies sous une couche

¹ Rayon ionique (en angström) : Na^+ : 1.02 Å ; K^+ : 1.51 Å ; Cu^{2+} : 0.73 Å ; Ag^+ : 1.15 Å

d'environ **150 nm*** de glaçure en moyenne (fig 13a). La production espagnole (XII-XVI^{ème} s ap J.C.) est elle caractérisée par une faible pénétration des métaux qui se trouvent pour certains objets, à **20 nm** de la surface en moyenne (fig 13b). Ces différences sont dues à la matrice vitreuse, mais aussi à la manière dont la cuisson du décor était menée (Chabanne, 2005).

1.2.IV. 3^{ème} étape : réduction des ions métalliques

L'**atmosphère réductrice** (privation d'oxygène, enfumage) va provoquer la réduction des ions Ag^+ et Cu^+ en atomes Ag^0 et Cu^0 . Cette réduction principalement due à l'**atmosphère** (Araujo, 1992 ; Wang *et al.*, 1997) peut être renforcée par la présence de réducteurs dans le verre, dits **réducteurs internes**. C'est le cas d'ions susceptibles de perdre un ou plusieurs électrons comme l'**étain** (Sn^{2+}) ou le **fer** (Fe^{2+}) (Berger, 1992 ; Magruder III *et al.*, 1994 ; Scholze, 1980) composés souvent présents dans la matrice vitreuse.

1.2.V. 4^{ème} étape : l'agrégation des atomes métalliques en colloïdes

La vitesse d'**agrégation** dépend de l'**agitation thermique** des particules et de la **viscosité** du milieu. La dimension des nanoparticules métalliques (colloïdes) dépend donc, de la nature des atomes métalliques, ainsi que de la température atteinte (Roy and Chakravorty, 1994 ; Suenaga, 2004). Plus la température va croître, plus la viscosité et l'agitation seront importantes et entraîneront la naissance de colloïdes de diamètre supérieur. Dans le cas du lustre métallique nous sommes en présence de **colloïdes subsphériques** (fig 13). Ces formes étant probablement dues à la préparation des métaux avant leur pénétration dans la glaçure.

Plusieurs facteurs peuvent freiner et/ou arrêter l'agrégation des métaux en les faisant **diffuser de manière excessive** dans la matrice vitreuse. C'est notamment le cas d'une teneur élevée d'**aluminium** dans le verre ou/et d'une augmentation de **température trop importante** (Kundu *et al.*, 1994 ; Miotello, 2001 ; Sarkar *et al.*, 1983).

D'après la bibliographie de nombreux paramètres peuvent faire varier les **dimensions** des **colloïdes**. Pour plusieurs auteurs, si la concentration d'ions cuivre et/ou argent introduite dépasse un certain seuil, la dimension des colloïdes augmentera (Ferrari *et al.*, 1995). D'autres montrent le contraire (Hosono *et al.*, 1992) ... On constate, là encore, des différences entre les foyers de production. Les décors de lustre métallique **mésopotamiens** sont caractérisés par des particules de petites dimensions allant de **5 à 20 nm**, alors que les lustres espagnols ont des particules de **20 à 60 nm** et davantage, en cas d'amas (jusqu'à 150 nm pour les plus gros) (fig 13).

Il est ainsi difficile de savoir quels sont les paramètres qui déterminent réellement sur la dimension des colloïdes, mais il s'agit probablement d'une combinaison de la température de chauffage, de la durée de la réduction et de la nature des métaux.

1.2.VI. Fin du traitement thermique et nettoyage des objets

Quand le céramiste estimait que les objets avaient atteint la couleur souhaitée (par des prélèvements très prudents de tests ou/et la couleur de la flamme, les cendres, etc.), il **arrêtait** d'alimenter le **four** et le laissait **refroidir** par inertie. Le refroidissement du four est une étape sensible car elle doit se faire par inertie du four fermé. Cette étape avait pour but d'éviter toute chute brutale de température (casse des objets par contraction des matériaux) ; ainsi que les risques de réoxydation du décor, ce qui l'altérerait.

Une fois le four froid, les objets étaient sortis puis nettoyés du dépôt de mélange lustrant pour révéler le résultat obtenu...

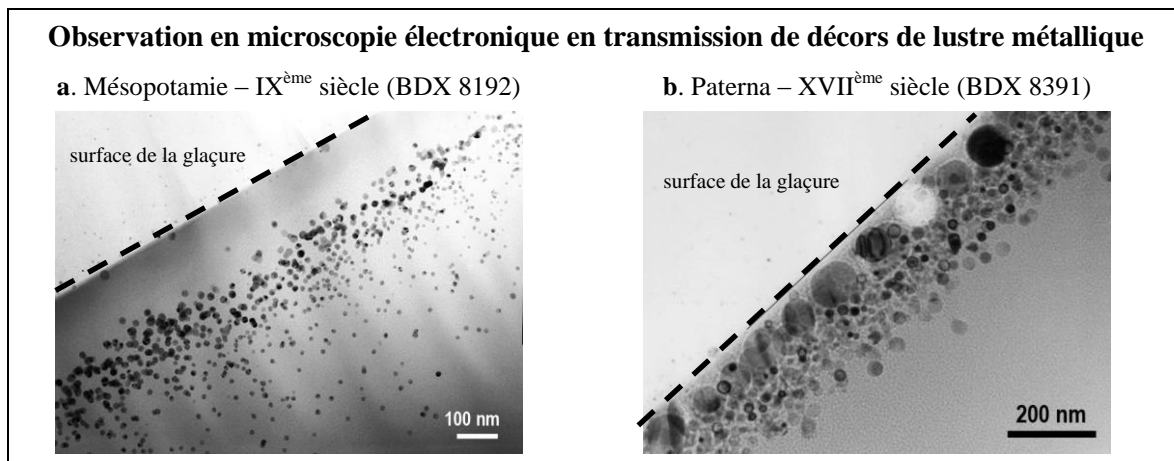


Figure n 13 : a. Le décor se compose de nanoparticules subsphériques de 5 à 20 nm de diamètre, enfouis sous une couche de glaçure épaisse de 100 à 150 nm (Chabanne, 2005).

b. Le décor est formé de nanoparticules de forme sphérique à subsphérique, de dimensions comprises entre 20 à 60 nm de diamètre (80 nm, si on considère la coalescence). Elles sont très proches de la surface (< 30 nm) et très proches les unes des autres, formant un pseudo-film métallique (Chabanne, 2005).

2. Le décor de lustre métallique à travers le temps et l'espace

2.1. Aux origines du décor de lustre métallique

Le « lieu de naissance » du décor de lustre métallique n'est toujours pas, à l'heure actuelle, une question tranchée. Pour certains auteurs (Lamm, 1941), les origines de cette technique seraient dans la **verrerie**. On trouve au VIII^{ème} s ap J.C. en **Égypte** et en **Syrie**, des **verres** dits à décor de lustre métallique (Lamm, 1941 ; Scanlon et Pinder Wilson, 2001, Shindo, 2005). L'absence de reflets métalliques et les quelques analyses physico-chimiques effectuées sur ce type de matériel (Brill, 1970 ; Shindo, 2005), ne permettent pas à l'heure actuelle, d'affirmer qu'il s'agit bien de décors de lustre métallique. Peut être s'agit-il simplement de verres altérés ou de verres « peints ».

2.2. « La route du lustre métallique » - Les centres de production

La combinaison de l'archéologie, de l'histoire et de la physique permet aujourd'hui de restituer la route qui a probablement été suivie par le décor de lustre métallique (techniques et objets) au gré des passations de pouvoir et du commerce entre l'Orient méditerranéen et l'Occident (Cilia platamone et Fiorilla, 1997 ; Chabanne, 2005 ; Fellingner, 2007). On peut ainsi imaginer, tout comme pour la Route de la Soie, une « **Route du lustre métallique** » (Cilia Platamone et Fiorilla, 1997 ; Schvoerer *et al*, 2005), suivant la naissance et l'évolution de la technique de la céramique glaçurée à décor de lustre métallique, depuis la Mésopotamie Abbasside du IX^{ème}, jusqu'aux majoliques de la Renaissance italienne (fig 14).

Notre référence, les carreaux de céramique glaçurée à décor de lustre métallique, installés en 862-863 ap J.C. dans la Grande Mosquée Sidi Oqba de **Kairouan** (Tunisie), sont des témoins de cette « Route du Lustre Métallique », car il s'avère qu'ils n'ont pas été produits localement mais **importés** de **Mésopotamie**, comme l'indique dans un texte le commanditaire qui évoque un « **Homme de Bagdad** » (Saladin, 1908 ; Marçais, 1928 ; Bobin et al, 2001 ; Bobin et al, 2003).

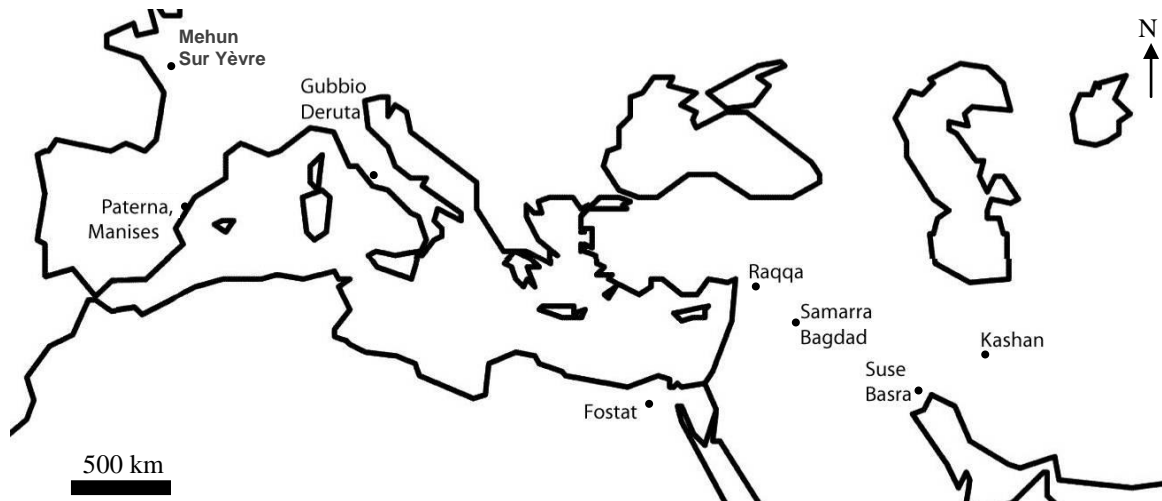


Figure n 14 : Principaux foyers de production de céramiques glaçurées à décor de lustre métallique attestés. Aux origines, le lustre est mésopotamien (Samarra, Bagdad, Suse, Basra). Par la suite, on trouvera des lustres égyptiens (Fostat), syriens (Raqqa), iraniens (Kashan),... Plus proche des nous, les productions françaises (Poitiers), espagnoles (Valence, Paterna, Manises) et enfin, italiennes (Gubbio) (fond de carte : Bristol, 2008).

2.2.I. L'origine : Mésopotamie, IX – X^{ème} siècle ap J.C. : apogée de la technique

a/ *Innovations* : Le IX^{ème} siècle ap J.C. est un siècle d'innovations pour la céramique **Mésopotamienne** (Iran, Irak, Jordanie, Syrie actuels), de nouvelles formes et couleurs apparaissant. Elles venaient généralement de l'est du califat **Abbasside*** (750-1258 ap J.C.) par les routes de commerce (dont la Chine). On assiste alors au développement de la base de la céramique musulmane des siècles suivants : **glaçures opaques blanches**, nouvelles **couleurs** (bleu de cobalt, vert, marron), **polychromie** et... **lustre métallique** (Grube, 1994) (fig 15a). Ces productions de luxe inonderont le monde musulman (fig 15b) et se répandront même au delà, en Afrique et dans quelques comptoirs asiatiques (Kennet, 2004).

b/ *Au début du IX^{ème} s ap J.C.* : Le lustre métallique mésopotamien est une production aboutie, issue d'essais et de tâtonnements dont nous n'avons plus aucune trace (époque et lieu). Les premières productions connues grâce aux fouilles archéologiques proviennent de **Basra** en Irak actuel (Mason, 1994) et **Suse** en Iran (Kervran, 1977).

Au **début** de la production au IX^{ème} s ap J.C., le lustre métallique était posé sur une **glaçure opaque blanche**. Le support (terre cuite et glaçure) et le style décoratif étaient alors communs avec d'autres productions céramiques (bleu de cobalt, etc.) et métalliques (motifs végétaux, géométriques, etc.) (Grube, 1995 ; Northedge, 2001). Ces motifs étaient **polychromes**, avec deux ou trois couleurs en réflexion diffuse : **vert, brun** et/ou **ocre jaune**.

c/ *Fin IX – début X^{ème} s ap J.C.* : A cette époque se développe le lustre **monochrome** (Kennet, 2004). Celui-ci pouvait être **rouge** ou **vert/brun** clair en réflexion diffuse. Avec cette nouvelle production apparaissent des motifs zoomorphes et anthropomorphes que l'on ne retrouvera pas dans les objets polychromes qui étaient toujours produits en parallèle (Grube, 1995).

d/ *Importations et imitations* : Cette production Mésopotamienne polychrome et monochrome sera largement **importée** dans l'empire Abbasside et même au-delà : en Égypte (Fostat), Perse (Nishapur), Syrie (Raqqa), Sogdiane (Afrasiab), etc. Elle sera aussi **imitée** par des céramistes n'ayant pas la connaissance de la technique du décor de lustre métallique, lesquels la remplaceront par un décor vert/brun sans reflet métallique....

2.2.II. L'évolution de la technique : de l'Égypte Fatimide à l'Espagne contemporaine

a/ *L'Égypte, XI – XII^{ème} s ap J.C.* : Le lustre métallique était connu en Égypte depuis le **IX^{ème}** s ap J.C. grâce aux importations d'objets Mésopotamiens. La production locale débuta au XI^{ème} s ap J.C. à **Fostat*** (ancien Le Caire) et se développa fortement durant la période **Fatimide*** (XI-XII^{ème} s ap J.C.) (Gayraud, 1996 et 1997). Cette production était variée, autant au niveau des motifs et des formes, que des teintes des glaçures et des décors en réflexion diffuse comme spéculaire (fig 15c). Les décors sont principalement **monochromes** mais on trouve aussi des objets **bichromes**. La trichromie a elle complètement disparu, soit parce que la technique était trop complexe, soit plus prosaïquement, parce qu'elle n'était tout simplement plus au goût des commanditaires.

b/ *La Syrie, XII – XIII^{ème} s ap J.C.* : Tout comme en Égypte, des objets importés sont arrivés très tôt (X^{ème} s ap J.C.), la production ne commençant qu'au milieu du XII^{ème} s ap J.C. (Franchi et al, 1996). Les glaçures opaques pouvaient être blanches ou bleues et rehaussées de traits turquoise, mettant en valeur la forme des objets (Grube, 1994). Le décor brun en réflexion diffuse a des reflets essentiellement dorés/cuivrés. Le décor est devenu uniquement **monochrome** et le restera définitivement dans cette production, comme dans celles qui suivront.

c/ *La Perse, XII – XVI^{ème} s ap J.C.* : Le lustre métallique persan (*zarin fam*) serait né entre la fin du XI^{ème} et le début du XII^{ème} s siècle ap J.C., selon les auteurs (Pope, 1939 ; Watson, 1985 ; Mason, 2006). Le style des premières productions est hérité d'Égypte, les céramistes de Fostat ayant fui après la chute des Fatimides. Avec le temps, s'y mêleront des influences persanes pour aboutir à un style propre à la Perse, dit de **Kashan** (fig 15d). La ville de Kashan, seul centre attesté de production, était très réputée pour ses carreaux de parement. Les glaçures opaques ou transparentes, pouvaient être blanches ou bleues et rehaussées de traits turquoise, mettant en valeur la forme des objets (Grube, 1994). Le décor brun ou rouge en réflexion diffuse a des reflets essentiellement dorés / cuivrés. Comme pour les autres foyers, cette production a été exportée et se retrouvera dans l'empire timouride (Ouzbékistan, Afghanistan) aux XIV-XV^{ème} s ap J.C. (fig 15e).

d/ *L'Espagne, XIII^{ème} – XX^{ème} s ap J.C.* : le lustre métallique était connu en **Espagne musulmane** depuis le XI^{ème} siècle ap J.C. grâce aux conquérants **arabes** (Grenade, Madina al-Zahra, Malaga, etc.). Les premières productions locales apparurent à la fin du XII^{ème} siècle, avec l'arrivée de céramistes égyptiens (chute des Fatimides). La production gagna rapidement l'**Espagne chrétienne** avec la création de centres de production notamment dans la région de Valencia (Paterna, Manises) (Mesquida, 2001 a et b). Le décor brun en réflexion diffuse était posé sur une glaçure blanche rehaussée de bleu. Les reflets métalliques essentiellement **dorés** ou **cuivrés**, ont donné son nom à la technique : « **el dorado** » (« le doré »). Les lustres espagnols seront largement exportés dans tout l'espace méditerranéen, notamment en France (Amigues, 1984), au Portugal et en Italie (Collectif, 2002). La technique du « dorado » existe toujours en Espagne, pratiquée par quelques artisans dans la région de Valence (fig 15f).

e/ *Une évolution dans le temps* : La technique du décor de lustre métallique sur céramique glaçurée, a considérablement **évoluée** entre sa naissance en Mésopotamie au IX^{ème} s ap J.C. et le XXI^{ème} ou elle est encore employée par quelques rares céramistes (Kato, 1982 ; Caiger-Smith, 1985). D'un décor polychrome ayant des reflets jaune dorés ou bleus par exemple, on aboutit plusieurs siècles plus tard, à un décor monochrome à reflets uniquement jaune dorés ou orangés, au point que même des conservateurs actuels de musées espagnols, ignoraient qu'il pouvait en exister d'autres couleurs.

On ne peut considérer ceci comme une « dégradation » ou un appauvrissement de la technique, mais plutôt comme une **évolution naturelle**, liée aux changements de cultures, aux approvisionnements en matières premières, au savoir-faire, mais aussi au goût des acheteurs.

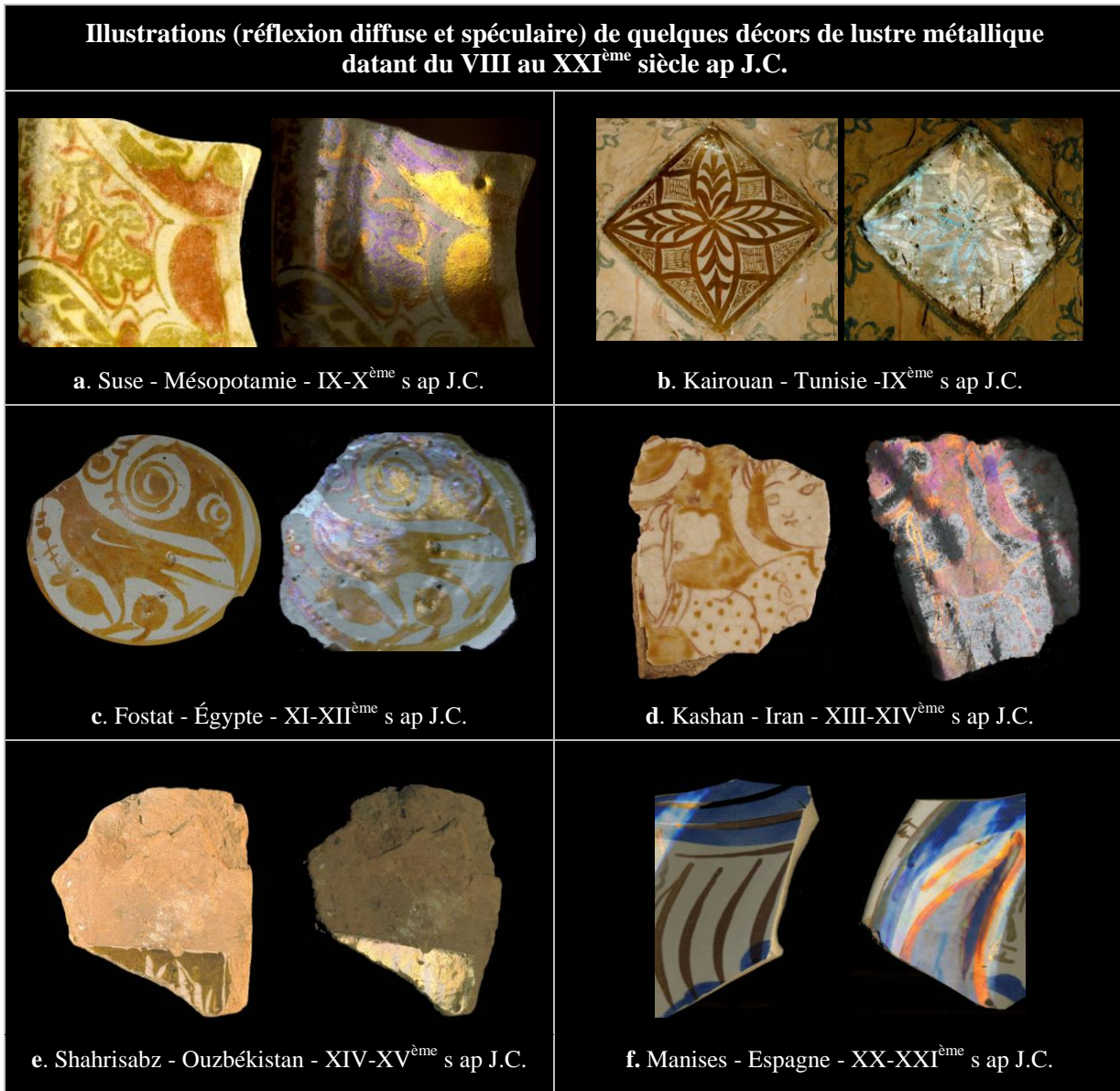


Figure n 15 : a. Fragment de vaisselle à décor bichrome (vert et rouge/brun) présentant des reflets jaune dorés et violets (ph : Chabanne, 2004)

b. Carreau de Kairouan observé in situ. Le décor brun en réflexion diffuse, a des reflets métalliques par plages bleu ou orangés (ph : M. Schvoerer, 1999)

c. Fragment de plat à décor ocre jaune en réflexion diffuse. En réflexion spéculaire on observe plusieurs teintes : jaune doré, bleu et rose (ph : C.Ney, 2002)

d. Fragment de plat à décor ocre jaune en réflexion diffuse et reflets oranges ou roses en réflexion spéculaire (ph : C. Ollagnier, 2006)

e. Fragment de carreau timouride, dont le décor brun clair en réflexion diffuse présente un reflet métal jaune doré et rosé en réflexion spéculaire (ph : CRP2A, 2003)

f. Fragment de plat réalisé par Arturo Mora à Manises (Espagne). Le décor brun clair en réflexion diffuse, à des reflets orangés. La couleur bleue en réflexion diffuse est réalisée avec un colorant à base de cobalt (ph : C.Ollagnier, 2008)

3. Choix d'un référentiel : Les carreaux de céramique glaçurée à décor de lustre métallique de Kairouan (Tunisie, IX^{ème} s ap J.C.)

Pour **re-crée**r une technique et donc un savoir-faire, il faut partir d'un **modèle**. Il a été choisi en Tunisie, à Kairouan. Au titre d'un programme de recherche soutenu par la Commission Européenne et le Conseil Régional d'Aquitaine, une convention fut signée entre notre laboratoire et les autorités tunisiennes (Institut National du Patrimoine, Centres de Tunis et de Kairouan). Il donnait accès, en collaboration avec les **Drs Abdelazziz Daoulatli** de Tunis (alors directeur de l'INP) et **Mourad Rammah** (responsable des sites de Kairouan), à un exceptionnel matériel daté de **862-863 ap. J.C.** : les carreaux de céramique glaçurée à décor de lustre métallique ornant le mihrab et le mur de qibla, de « **Sidi Oqba** », la grande mosquée de la ville. Elle est située au cœur d'une médina inscrite sur la Liste du patrimoine mondial de l'Unesco depuis 1988.

3.1. La Grande Mosquée Sidi Oqba de Kairouan

En **670 ap J.C.**, Le général arabe, **Oqba ibn Naffi**, fonda en **Ifriqiya*** la ville de **Kairouan**/Kairawan (Tunisie) (fig 16a). Il y fit construire la première mosquée du monde occidental. Le bâtiment forme un quadrilatère irrégulier de 135 x 80 m, au nord duquel se trouve un minaret de 35 m de haut (fig 16b). La mosquée subira plusieurs phases de destructions et reconstructions, suite à des attaques Berbères (Marçais, 1928 ; Saladin, 1908).

La mosquée actuelle, comportant de nombreux réemplois **romains** (colonnes, linteaux, etc.), résulte d'une reconstruction principale en 836 ap J.C., sous l'émir Aghlabide Ziyadet Allah I^{er}, qui fit construire un nouveau mihrab. Une seconde phase de travaux, principalement décorative, fut réalisée en **862-863 ap J.C.**, par l'émir Abou Ibrahim Ahmad, qui aurait orné le nouveau mihrab de carreaux de céramique glaçurée à décor de lustre métallique (Marçais, 1928 ; Saladin, 1908). L'édifice connut par la suite de nombreux aménagements et restaurations qui ne touchèrent pas à sa structure, les derniers datant de 1972.

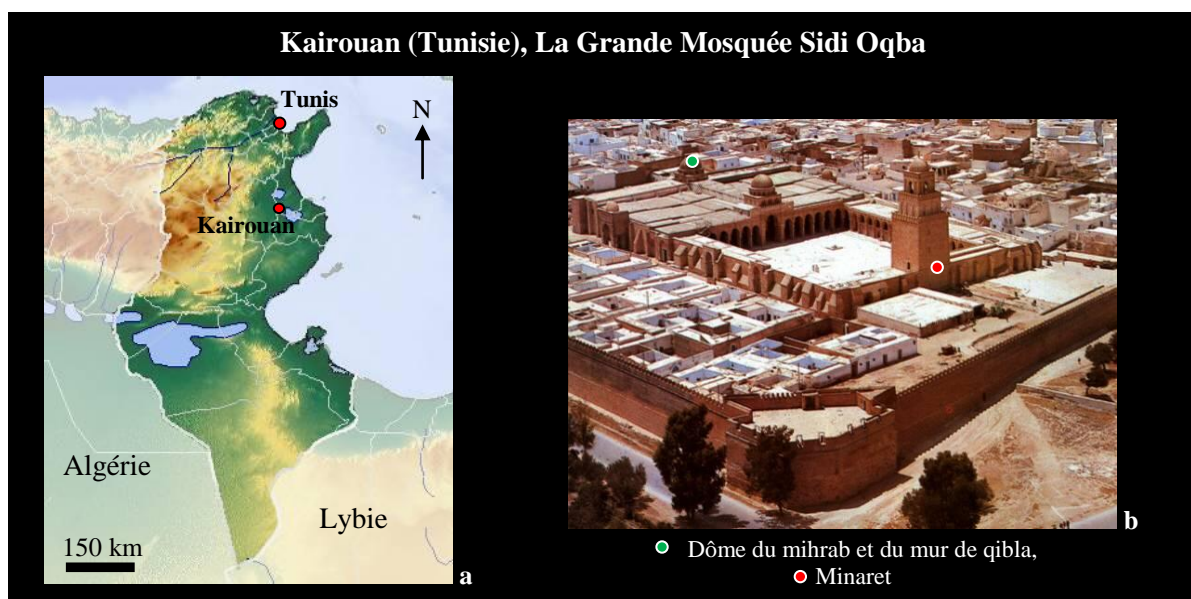


Figure n 16 : a. La Tunisie et les pays voisins (Algérie et Lybie). La ville de Kairouan, se situe dans une plaine, à 125 km au sud de Tunis (fond de carte : Braxmeir, 2010).

b. Vue générale de la grande Mosquée Sidi Oqba de Kairouan. Le bâtiment forme un quadrilatère irrégulier de 135 x 80 m. Au nord de la cour monumentale se trouve un minaret de 35 m de haut (édition Kahia, Tunis).

3.2. Les carreaux à décor de lustre métallique de mur de qibla et du mihrab

3.2.I. Origine et répartition des carreaux

a/ *Origine* : Des textes des XI^{ème} et XV^{ème} s. après J.C., indiquent que l'émir Abû Ibrâhîm Ahmad a fait importer de **Bagdad** ces carreaux réalisés par un « **Homme de Bagdad** » (Marçais, 1928). Cette origine mésopotamienne sera confirmée par les travaux de notre laboratoire (Bobin, 2001 ; Bobin *et al*, 2001 ; Bobin *et al*, 2003)

b/ *Répartition* : Les **161 carreaux** glaçurés à lustre métallique actuellement conservés (127 entiers et 34 fragmentaires), occupent une partie du mur de la **qibla**, l'archivolte*, l'intrados* de l'arc et la retombée de voûte en cul-de-four du **mihrab** (fig. 17a, b).

3.2.II. Description des carreaux

a/ *Description générale* : Tous les carreaux sont des **carrés** de céramique couverte de **glaçure blanche**, mesurant **21 x 21 x 1 cm**. Ils sont disposés sur pointe en damier, alternant avec des motifs floraux peints en bleu sur un enduit blanc. Il semblerait que l'organisation des carreaux soit, comme l'enduit peint, le fruit de **remaniements**, de nombreux fragments étant agencés aléatoirement (fig. 17a, b).

Ces carreaux peuvent être divisés en deux séries :

- 74 carreaux à décor **monochrome vert** en réflexion diffuse.
- 87 carreaux à **décor polychrome vert, brun et ocre jaune**.

b/ *Les carreaux à décor monochrome vert (fig 17c)* : au **décor vert** (plus ou moins sombre) en réflexion diffuse, sont associés des reflets métalliques souvent **jaune doré** ou **orange**, mais on observe aussi des plages **violettes, bleues** ou **vertes**.

Le décor rayonnant de ces carreaux, comporte des motifs majoritairement géométriques, ainsi que des plantes stylisées et de la pseudo-calligraphie (Marçais, 1928). Ces décors sont typiques de la production de décors de lustre métallique **mésopotamienne** des IX et X^{ème} s ap J.C. (Marçais, 1928 ; Mason, 2006).

c/ *Les carreaux à décor polychrome vert, brun et ocre jaune (fig 17d)* : Ces carreaux associent en réflexion diffuse des décors verts, bruns et/ou ocre jaune. En réflexion spéculaire on observe de nettes différences, notamment entre les décors verts et bruns. Les reflets associés au décor **vert** sont principalement **jaune dorés** ou orangé (comme pour les monochromes verts), tandis que ceux associés au décor **brun** sont **bleus**. D'autres plages de couleurs existent selon les objets : violet, turquoise, vert ou rose.

Leurs compositions et motifs sont assez variés, généralement symétriques. Contrairement aux décors monochromes dont l'organisation est géométrique, celle des carreaux polychromes est plus souple, probablement liée aux motifs floraux qui composent majoritairement ces décors.

d/ *Une seule et même production* : bien que l'on puisse les séparer en deux séries, ses carreaux présentent des points communs (large cerne vert, juxtaposition de formes, jeux de fonds) qui laissent penser qu'ils font partie d'un même ensemble, les différences provenant d'une volonté artistique (ou du commanditaire).

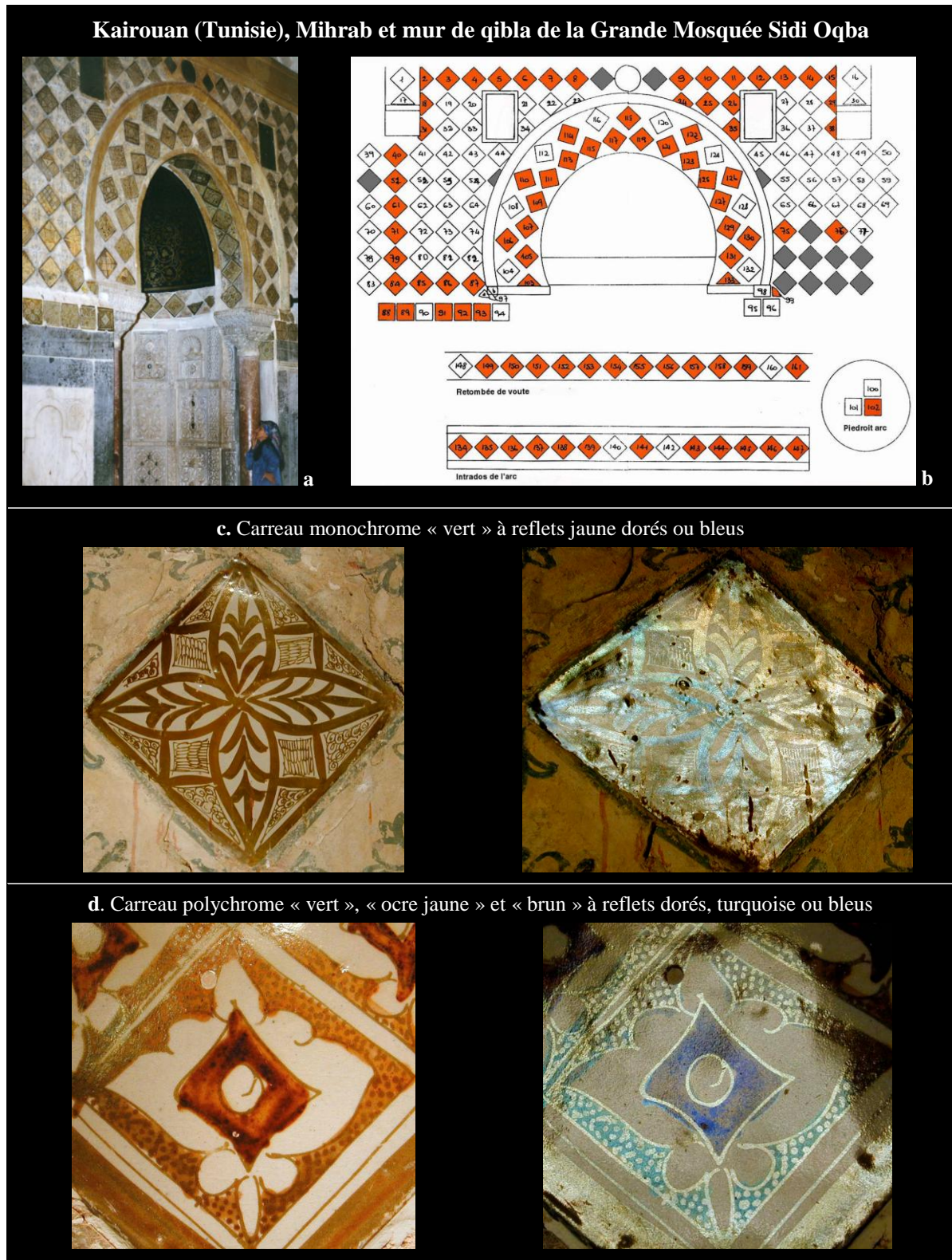


Figure n 17 : a. Les carreaux de céramique glaçurée à décor de lustre métallique ornent une partie du mur de la qibla et du mihrab (sur le cliché Claude Ney) (ph : M.Schvoerer, 1998).

b. Schéma du mihrab et du mur de la qibla de la mosquée Sidi Oqba de Kairouan. Les carreaux à décor monochrome vert sont repérés en blanc. Les carreaux à décor polychrome vert, brun et ocre jaune sont repérés en rouge. En gris, les vides volontaires ou les carreaux manquants (schéma : C.Ney, 1998).

c. Carreau à décor monochrome vert n°43 (ph : C.Ney, 1998).

d. Détail du carreau à décor polychrome n°154. Le reflet doré se superpose aux reflets turquoise et bleu, indiquant que le décor vert auquel il est associé, a été posé en dernier (ph : M.Schvoerer, 1998).

3.2.III. Caractérisations des carreaux (support céramique, glaçure, décor)

Les analyses physiques effectuées au laboratoire du CRP2A dans le cadres de la thèse d'O.Bobin (Bobin, 2001) ont permis d'élaborer une "carte d'identité physico-chimique" des carreaux de céramique glaçurée à décor de lustre métallique du mihrab de la Grande Mosquée Sidi Oqba de Kairouan.

a/ *Support céramique* : L'examen de la texture a révélé l'utilisation d'une même **terre cuite blanchâtre** de granulométrie **très fine** pour les huit fragments. Ce support constitué essentiellement de **diopside d'aluminium**, de **quartz** et de **gehlénite**, présente une **luminescence globale rouge** ponctuée de jaune.

b/ *Interface terre-cuite glaçure* : Cette **interface** terre cuite/glaçure est caractérisée par la présence de **cristaux à luminescence jaune**. Cette interface cristalline laisse penser que les carreaux ont été réalisés en **monocuisson** (cuisson unique pour l'argile et la glaçure).

c/ *Glaçure* : La glaçure **opaque blanche**, épaisse d'environ 500 μm est très hétérogène à cause de la présence de nombreuses **bulles** et **cristaux** (quartz, wollastonite, feldspaths sodopotassiques et diopside d'aluminium). Elle est calco-**alcaline** (Ca : 4 à 6 % ; Na_2O : 5 à 8 % ; K_2O : 3 à 4 %) et **plombifère** (PbO : 7 à 9 %). L'opacification est créée par la conjugaison de cristaux de cassitérite (SnO_2 : 2 à 4 %), des bulles d'air et des cristaux non fondus. La présence de **manganèse** ($\text{MnO} \approx 0,4\%$) peut être un indice technologique particulier à cette production.

d/ *Le décor* : Les décors vert, ocre jaune et brun, se composent de **colloïdes métalliques** subsphériques d'argent et de cuivre (Ag° et Cu°) dont la dimension moyenne est de 20 nm. Ces **nanoparticules** sont enfouies sous une couche de glaçure épaisse d'une centaine de nanomètres. Les rapports Ag/Cu varient selon la teinte en réflexion diffuse. Les décors verts (monochromes et polychromes) contiennent une majorité d'argent, les décors ocre jaune sont à peu près équilibrés et les décors bruns contiennent une large majorité de cuivre. Cette apparente disparité a été traduite comme relevant de l'utilisation de mélanges lustrants quelque peu différents

e/ *Une seule production* : L'importante similitude des résultats permet de penser que les matières premières et les procédés de fabrication employés pour la réalisation des différents carreaux étaient très proches. Il n'y aurait donc qu'**une seule et même origine** pour les carreaux à décor monochrome et ceux à décor polychrome, contrairement à ce que l'on trouve couramment dans la littérature (Saladin, 1908 ; Marçais, 1928; Hattstein et Delius, 2000).

f/ *Origine des carreaux* : Pour déterminer l'origine locale ou importée des carreaux, une étude comparative a été réalisée avec des fragments de céramique glaçurée à décor vert, ocre jaune et brun provenant d'Ifriqiya (Sabra Mansouriya –Tunisie actuelle-, IX^{ème} s. après J.C.) et des fragments à décor de lustre métallique Mésopotamiens (Iraq/Iran actuels, IX et X^{ème} s. après J.C.). Il en ressort que les caractéristiques physiques des carreaux de Kairouan, sont semblables à celles de carreaux Mésopotamiens, écartant toute idée de production locale même partielle.

Cette étude, la première du genre, a considérablement enrichi la connaissance que l'on avait du décor de lustre métallique. La production de Kairouan, homogène et très riche (décors polychromes), correspond au point culminant de la technique du décor de lustre métallique. C'est donc tout naturellement qu'elle est devenue notre référence et notre objectif à re-créeer.

4. Informations technologiques issues de textes anciens, de l'archéologie et de la pratique

4.1. Données issues de textes anciens et de l'archéologie

Nous ne connaissons, à l'heure actuelle, aucun texte relatif au décor de lustre métallique sur céramique glaçurée antérieur au XII^{ème} s ap J.C. Étant donné que les carreaux à décor de lustre métallique de Kairouan sont datés du IX^{ème} s ap J.C., **aucune information** relative à leur **fabrication** ne nous est parvenue. On ne peut que se baser sur les textes existants les plus anciens connus, en l'occurrence, deux traités **persans** des XII et XIV^{ème} s ap J.C. sont parvenus jusqu'à nous et nous renseignent sur la technique employée.

4.1.I. Le Jowhar-Nâme-ye Nezâmi de Mohammad ben Abi al-Barakat Jowhari, dit « le Joaillier de Nishapur »

Le texte le plus ancien qui nous soit parvenu est le *Jowhar-Nâme-ye Nezâmi* (Le Livre des pierres pour Nezam) a été rédigé en perse ancien par Mohammad ben Abi al-Barakat Jowhari (dit **le Joaillier de Nishapur**) entre **1195** et **1196 ap. J.C.** L'auteur, joaillier et lapidaire né à Neyshaburi (Nishapur en Iran actuel) a rédigé un traité en plusieurs parties consacré aux minéraux (*Ma'daniyât*), aux gemmes et bijoux (*Javâher*), aux métaux (*Felezât*), émaux et lustres métalliques (*Minâ'va talâvihât*). Ce texte révélé dans les années 1990 (Afshar, 1996 ; Afshar, 2000 ; Porter, 2003) propose vingt quatre recettes de décor de lustre métallique (or, rouge, feu, argent, noir, lapis, vert, etc.).

D'après les traductions nous pouvons en déduire l'emploi quasi systématique de plusieurs composés, sous différentes formes : **soufre** (cinabre, réalgar, vitriol), **fer** (ocre, fer, marcassite, vitriol, etc.), **acide acétique** (vinaigre, verjus), **sodium** (natron, sel, etc.), **arsenic** (orpiment, réalgar, etc.), **argent** (argent calciné, sulfure d'argent, etc.) et **cuivre** (malachite, vert-de-gris, etc.). Le soufre est un élément récurant, indiquant qu'il était pour les céramistes, un matériau indispensable à la fabrication du mélange lustrant. Il semblerait d'après les traducteurs, que ces recettes proviendraient de Mésopotamie (Bagdad, Samarra), qui importait ses productions dans le pays à l'époque de la rédaction du traité.

4.1.II. L'Arayes al-Javaher fi Nafayes al-Atayeb d'Abu'l Qasem al-Kashani

Le second traité persans connu, intitulé *Arayes al-Javaher fi Nafayes al-Atayeb* (Le Livre de ces épouses que sont les gemmes et les parfums) a été publié en persan en **1301 ap. J.C.** par **Abu'l Qasem Abdollâh ibn 'Ali ibn Mohammad ibn Taher al-Kashani** (dit Abu'l Qasem al Kashani). L'auteur était un membre de la famille des Abu Taher, céramistes actifs à Kashan (Perse) du XII au XIV^{ème} s ap J.C. et spécialisés dans la fabrication de carreaux à décor de lustre métallique pour la décoration des mihrabs*. Depuis sa découverte il a donné lieu à plusieurs traductions et interprétations de philologues et experts, qui présentent des nuances dues à des interprétations parfois différentes (Ritter *et al*, 1935 ; Allan, 1973 ; Barry, 1995 ; Caiger-Smith, 1989 ; Dayton et Bowles, 1977 ; Rouhfar, 2004, etc.).

Le texte précise la nature des matières premières, leur préparation et les conditions de cuisson. Il insiste sur le soin apporté au traitement des matériaux (dont le **grillage** de l'**argent** et du **cuivre** avec du **soufre**) nécessitant un **broyage** minutieux, puis un mélange avec du **vinaigre**. Enfin, il stipule que les pièces sont cuites dans un **four spécial** en cuisson réductrice jusqu'à atteindre la couleur « des **deux feux** ». Une fois refroidies, les pièces étaient frottées

afin de faire ressortir la « couleur de l'or » (Barry, 1995). Il semblerait qu'Abo'l Qasem ait partiellement recopié des textes antérieurs (tel le Joaillier de Nishapur), habitude courante à l'époque (Afshar, 1996). Ce type de texte, destiné à des commanditaires de haut rang et non à des céramistes, ne comporte malheureusement pas toutes les informations nécessaires pour réaliser un décor de lustre métallique sur céramique glaçurée.

4.1.III. Textes postérieurs

D'autres textes plus tardifs sont également disponibles. Ils ne traitent pas de la production orientale, mais d'une production européenne de technique et d'esthétique souvent différente.

Pour la Renaissance on peut citer notamment, *Le tre libri del arte del vasaio* de Cipriano Piccolpasso (Piccolpasso, 1558), qui évoque la production de **majolique*** à rehauts de décor de lustre métallique, réalisée à Gubbio (nord de l'Italie) au XVI^{ème} s ap J.C.

Aux XVIII-XIX^{ème} s ap J.C., avec l'industrialisation et les progrès de la chimie, la technique **évolue**. Elle est mentionnée notamment en **France** (Riffault et al, 1919) et en **Espagne**, pays où elle perdurait artisanalement par endroits (Riaño, 1879). On retrouve dans ces ouvrages des techniques traditionnelles (argent, cuivre, ocre et vinaigre), mais aussi de nouveaux procédés à base d'or, d'argent, de platine, de cuivre ou de plomb...

4.2. Données issues de re-crétions contemporaines

Les textes, objets archéologiques, savoir-faire et analyses apportent leur lot d'informations, qui doivent pour certains être testés par la pratique pour pouvoir attester de leur véracité. C'est dans ce but que depuis quelques années des essais de re-crétion ont été entrepris sur verre et sur céramiques par des scientifiques et/ou des céramistes, (Brill, 1970 ; Kato, 1982 ; Caiger-Smith, 1985 ; Bobin et al, 2003). Nous présentons ici deux exemples.

4.2.I. Le Corning Museum of Glass - 1970

Dans le cadre du Corning Museum of Glass (USA), **Robert H. Brill** a mené des expériences de **réchauffage** et de **re-crétion** de **verres** archéologiques, dits à décor de **lustre** métallique (Brill, 1970). Il a étudié trois types de verres des IX^{ème} et XI^{ème} siècles ap J.C. provenant de **Fostat** (Egypte). Ceux-ci transparents incolores ou colorés (bleu foncé et vert olive), portaient des décors ambre, jaune-orange foncé ou rouge vif en réflexion diffuse. La couleur des reflets métalliques n'est jamais mentionnée, car moins de 15 % des pièces du musée en possédaient. Ceci est probablement dû à l'altération du verre alcalin, plus sensible à la lixiviation que les glaçures alcalino-plombifères (Kato, 2007).

Après **réchauffage**, Brill a constaté que les décors avaient tendance à **foncer** puis à **disparaître** dans le verre. Dans le cas des expériences de **re-crétion**, le mélange lustrant a été préparé à partir de la recette du traité d'**Abo'l Qasem** et appliqué sur des plaquettes de verre calco-sodique. Une fois peintes elles étaient glissées dans des moufles (boîtes en céramique) avec du bois (pour enfumer), puis placées dans un four électrique porté à 650°C. Les **résultats** ont été plutôt **mitigés**, car même si des couleurs en réflexion diffuses ont pu être générées régulièrement, ce fut rarement le cas pour les reflets métalliques colorés. Ces études ont tout de même permis de montrer que le réchauffage d'un décor de lustre métallique faisait pénétrer plus profondément les colloïdes dans la glaçure et de ce fait, le phénomène de lustre métallique n'était plus observable.

4.2.II. Les premiers essais au CRP2A - 1998

*Ces essais ont été entrepris en parallèle d'études physico-chimiques sur des échantillons archéologiques (plus de 250 pièces) provenant de la zone **méditerranéenne**, du **Moyen-Orient** et d'**Asie Centrale** (Bobin, 2001 ; Chabanne, 2005). Le modèle choisi au laboratoire pour les re-créations est celui des carreaux de **Kairouan** (Tunisie), dont nous connaissons la chronologie, l'histoire et avec précision les caractéristiques physiques.*

Les premiers travaux de re-création au CRP2A ont débutés dans le cadre de la thèse d'**Olivier Bobin** en 1998. Le support céramique utilisé était une **argile blanche industrielle** du commerce. La première cuisson se déroulait dans un **four électrique** avec un protocole de montée lente (100°C/h) jusqu'à 950°C suivi d'une descente à même vitesse. Le mélange glaçant appliqué fait de silice, d'oxyde de plomb et d'étain, était chauffé dans un 2^{ème} temps avec le même protocole que l'argile, toujours en four électrique.

Deux mélanges lustrants à base d'**acétates d'argent** et de **cuivre** ont été préparés dans ce cadre. Dans le premier, le sel métallique était mêlé à de l'ocre (argile + hématite) et lié avec un mélange de **gomme arabique*** et de vinaigre. Dans le second, il était mélangé avec du **borax*** puis lié comme précédemment avec de la gomme arabique. La cuisson qui donnera le lustre s'effectuait en four électrique avec une montée lente jusqu'à 400°C ou 490°C selon le mélange. La **réduction** commençait à 400°C et s'effectuait à l'aide d'un **mélange gazeux** qui était introduit lentement jusqu'à la fin de la cuisson.

Des échantillons ont présenté des **reflets métalliques colorés** mais les **couleurs** obtenues en réflexion diffuse étaient généralement **peu saturées**.

4.2.III. Rencontre Université-Entreprise - 2000

Pour développer le sujet et faire participer les artisans céramistes intéressés, une **rencontre Université-Entreprise** (*De l'Atelier à l'Université – glaçure et lustre 2000*) a été organisée en novembre 2000 avec le **Collectif National des Céramistes**. Elle fut animée par **Jean Girel**, Maître d'Art, venu à la fois apporter ses connaissances, recueillir des données scientifiques et proposer des solutions aux interrogations soulevées par la technique du lustre métallique. Au cours de cette rencontre, les supports céramiques, les mélanges glaçurants et lustrants ont été en partie réalisés, à la demande de notre équipe, avec des produits apportés par les céramistes, notamment des variétés d'ocre, des acétates, etc.

Tous les types de fours ont été utilisés durant cette rencontre, notamment un **four à bois** construit par les céramistes et les membres du laboratoire spécialement pour l'occasion.

La réalisation de **reflets métalliques colorés** fut une réussite, mais pas celle des couleurs en **réflexion diffuse**, toutes très **peu saturées** et donc éloignées de leurs modèles.

4.2.IV. Essais de J-F Fabre, C.Pacheco et B.Escande - 2001-2002

Suite à cette rencontre, les essais ont continué dans le cadre de stages de recherche, (**Jean-François Fabre**, **Claire Pacheco** et **Baptiste Escande**).

Les supports céramiques industriels étaient couverts par des glaçures blanches composées de **frittes** elles aussi **industrielles** opacifiées au **zinc**, de sable et d'étain. Ces supports ont été cuits en **four à gaz** avec une montée lente, jusqu'à 900°C pour l'argile et 1020°C pour la glaçure.

Les différents mélanges lustrants employés étaient faits, en plus d'**acétates** ou **nitrate**s de **cuivre** et d'**argent**, de **cinabre** (HgS), de **soufre**, d'**oxyde de fer** et d'**argile** crue comme liant (remplace l'ocre), le tout délayé dans du vinaigre.

La cuisson du **lustre métallique** a été réalisée en **four à bois**, avec une montée en atmosphère oxydante jusqu'à 650°C (en 4 heures), suivie d'une réduction avec des branches

d'ajonc. Cette réduction s'effectuait sous forme d'**alternance de phases oxydantes et réductrices** durant 10 ou 30 minutes selon le protocole.

Malgré l'obtention de **reflets colorés**, la reproductibilité n'était pas constatée et la désaturation des couleurs en réflexion diffuse, était toujours un handicap (fig 16).

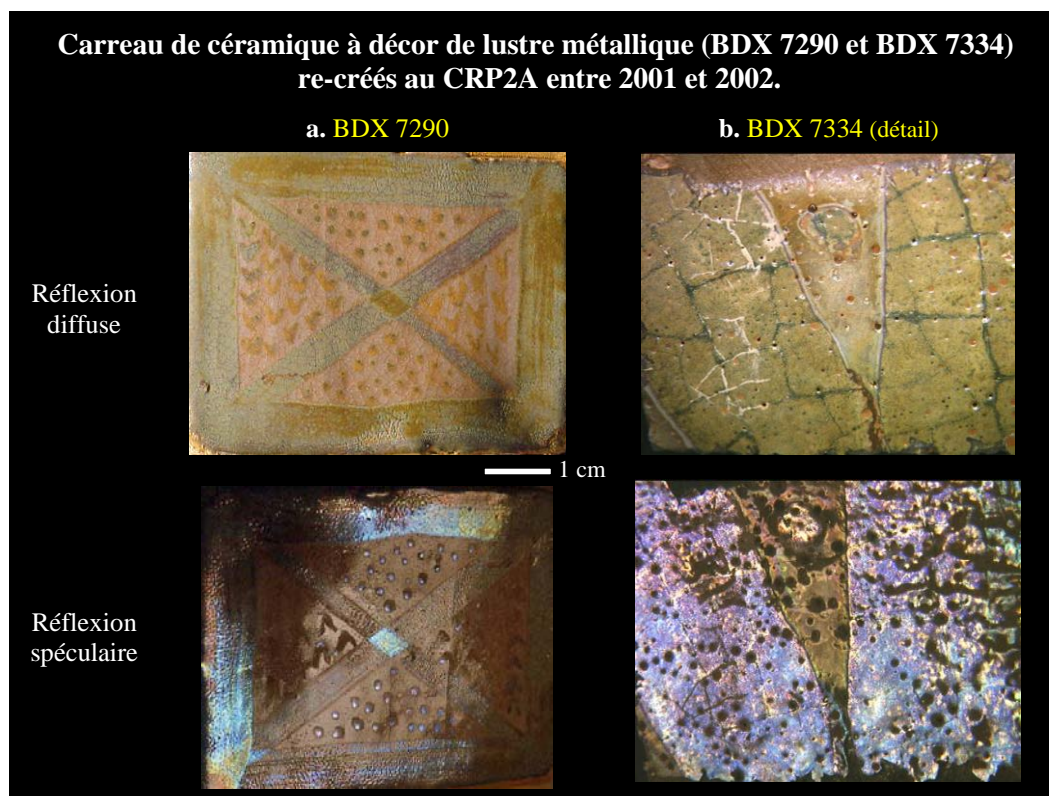


Figure n 16 : a. Sur une terre rouge a été posée une glaçure semi-transparente, malgré la présence d'étain et de zinc. Sur cette glaçure on observe en réflexion diffuse un décor vert pâle à ocre très peu saturé. Le reflet métallique associé au décor vert est principalement bleu avec de petites zones orangées (ph : CRP2A, 2001). b. Sur la glaçure très aillée dont la couleur est difficile à observer à cause de la diffusion du décor, apparaît un décor vert peu saturé. En réflexion spéculaire les reflets métalliques bleus ou mauves soutenus, sont atténués par la présence des picots où n'apparaît aucun reflet (ph : CRP2A, 2002).

4.2.V. Bilan des re-crétions effectuées au laboratoire

A la suite de ces travaux un premier bilan a pu être établi :

- la **nature** de la **glaçure influence** l'obtention d'un décor de lustre métallique.
- l'utilisation d'une glaçure plus proche des glaçures anciennes est recommandée,
- pour la réduction et l'obtention des **décors**, l'idée d'employer notamment des **sulfures** est préconisée par les traités anciens. Ce choix est justifié par le fait qu'ils mentionnent l'emploi d'argent et de cuivre « grillés » avec du soufre, dont on sait que c'est un réducteur efficace (Bobin, 2001).

Ce travail de thèse se place dans le prolongement de ces essais. La démarche a été enrichie par les travaux d'autres laboratoires (Pradell, 2006) qui ont, eux aussi, essayé de re-crétier des lustres métalliques avec l'aide de céramistes. Il semblerait à l'heure actuelle que seul le CRP2A ait continué ce type de recherche complexe, gourmande en temps et en savoir-faire.

III. Le support du décor : substrat céramique et glaçure

A partir des essais précédemment effectués au laboratoire et de la rencontre **Université-Entreprise** organisée avec le **Collectif National des Céramistes**, il a été décidé de re-créeer au plus près notre **modèle** : les carreaux de céramique glaçurée à décor de lustre métallique de **Kairouan** (Tunisie, IX^{ème} s ap J.C.). Pour cela un travail en **plusieurs étapes** est nécessaire. La première étape est de créer le **support** du décor : une **terre cuite** beige et une **glaçure opaque blanche**. Ce support est déterminant, car la nature de la matrice vitreuse est partiellement responsable de la teinte des **reflets métallique colorés**.

N'ayant pas accès à l'argile de Mésopotamie (Irak actuel), plusieurs argiles (naturelles ou du commerce) ont été testées au four à bois, jusqu'à l'obtention d'un support ayant les caractéristiques les plus proches possibles du modèle. Quant à la glaçure, la composition ancienne n'existant plus actuellement, il a fallu partir des résultats d'analyses physiques des carreaux anciens (Bobin, 2001) pour fabriquer une fritte blanche, qualitativement et quantitativement identique à son modèle, aux écarts-types près. Les carreaux obtenus n'ont pas ou peu de tressaillures, confirmant la bonne adéquation entre les deux matériaux. N'ayant pas réussi à cuire l'ensemble en mono-cuisson, les carreaux de re-création ne présentent pas de liseré lumineux à l'interface terre cuite/glaçure, caractéristique de la production de Kairouan et de la maîtrise technique de « L'Homme de Bagdad ».

Mots-clés : Argile ; Décor de lustre métallique ; Four ; Fritte ; Glaçure alcalino-plombifère ; Terre cuite

1. L'atelier de re-création et les fours employés

1.1. L'atelier de re-création

L'atelier de re-création du laboratoire du **CRP2A** (aussi appelé « aire archéologique ») a été conçu et construit comme faisant **partie intégrante de la maison de l'archéologie** et ce, dès les plans d'origine conçus avec C.Ney. Il occupe un espace rectangulaire d'environ 30 m² qui s'adosse au laboratoire par deux murs perpendiculaires en béton. Les deux autres parois se composent de lames de métal disposées en persiennes. Ces lames permettent aux gaz de circuler librement dans la pièce même lorsque les portes sont fermées (fig 17).

Sa première utilisation a été consacrée au **travail du verre**, avec la **re-création de verres médiévaux**, avec un artisan invité, M. **Allain Guillot** souffleur de verre à Boisse (Dordogne), Meilleur Ouvrier de France. On compte ainsi un four de fusion du verre, un fournet et une arche de cuisson*. Il s'agissait d'une démarche de re-création qui a duré plusieurs mois dans les années 1990 jusqu'à l'obtention réussie de verre médiévaux (composition et techniques).

De cette époque il reste les fours de verrier, du petit matériel, ainsi que de nombreuses re-création qui ornent les vitrines du laboratoire. Les travaux sur le verre achevés, une nouvelle problématique a pris le relais : la **céramique glaçurée**. Les études réalisées notamment par **Olivier Bobin** (Bobin, 2001) et les projets européens (**EURO-MED** en 2002, **ARCHI-MED** en 2003) ont permis d'accéder à nouveau à la re-création, mais cette fois du décor de lustre métallique sur céramique glaçurée. Les installations de verrerie n'étant pas adaptées à la production de céramique glaçurée, d'autres fours ont été construits, notamment

un four à gaz et un four à bois. Du matériel approprié a lui aussi été amené : argiles, outils de façonnage, tamisage, etc.



Figure n 17 : L'atelier de re-création situé au laboratoire de Bordeaux. Les portes sont composées de persiennes de métal tout comme les deux parois environnantes, pour laisser circuler les gaz. Sur la gauche on peut voir la face avant du four à bois utilisé pour les re-créations de lustre métallique ; sur la droite, du matériel (ph : C.Ollagnier, 2006).

1.2. Les fours

Deux types de **fours** ont été utilisés durant cette étude : à **bois** et à **l'électricité**. Nous n'avons pas utilisé de four à gaz dont l'utilisation complexe et non sans danger, nécessitait de délicats et couteux aménagements des locaux.

1.2.I. Le four à bois

a/ *Conception et réalisation* (fig 18a) : Le four à bois, utilisé à Bordeaux pour la re-création de céramiques glaçurées à décor de lustre métallique a été construit sur place en 2000, lors de la semaine des rencontres Université-Entreprise consacrée au lustre métallique. Il a été réalisé par MM **Jean Girel** (Maître d'Art), **Miguel Calado** et **Patrice Voelkel**, tous trois du Collectif National des Céramistes, ainsi que les membres du laboratoire.

b/ *Caractéristiques techniques* : Ce petit four à flamme directe*, dont le laboratoire*à un volume d'environ $\frac{1}{2}$ m³, a été conçu avec des matériaux actuels pour monter jusqu'à à **1100°C** (en pointe*), ce qui permet d'y réaliser en plus des décors de lustre métallique, des terres cuites, frites et glaçures (fig 18b).

c/ *Corps du four* (fig 18c) : Le corps du four est fait de **briques/plaques réfractaires** contenant du silicium et 37 % d'aluminium. Ce matériau blanc, léger, poreux et friable, se découpe et s'ajuste facilement tout en supportant des températures de plus de 1000°C. Entre chaque couche de briques ont été placées des **fibres réfractaires**. D'apparence cotonneuse, cette matière résiste comme les briques et sert à renforcer leur action tout en colmatant les trous. La structure de briques est entourée de **barres métalliques** qui empêchent une trop grande déformation de l'ensemble.

c/ *Le foyer* (fig 18d) : Ce grand **espace vide** occupant les $\frac{3}{4}$ de la structure, est rythmé par 4 **barres d'acier** couvertes d'alumine, disposées à égale distance à 10 cm du sol. Elles servent à poser le bois tout en assurant la circulation des gaz (dessous et dessus). La bouche du foyer peut être fermée par 5 briques réfractaires taillées pour une manipulation aisée.

d/ *Le laboratoire* : Il occupe le $\frac{1}{4}$ restant de l'espace. C'est également un **espace vide**. Nous utilisons 3 niveaux de cuisson à l'aide de plaques de matière **réfractaire lourde**

(alcorit*), dure et très compacte sur lesquelles sont posés les échantillons (épaisseur : 5 mm). Des morceaux de briques réfractaires taillées (pilettes) (fig 18e) supportent le poids de ces plaques à chaque niveau. Pour éviter que les flammes ne pénètrent dans la chambre une plaque de réfractaire supplémentaire est placée perpendiculairement, évacuant la flamme vers la partie haute du four, afin de ne pas endommager les échantillons (cendres) (fig 18f). Le laboratoire est lui aussi fermé par une plaque de matière réfractaire lourde, mais plus épaisse (15 mm) (fig 18b,c,g,h). Cette plaque de couverture est plus épaisse pour limiter les pertes thermiques vers l'extérieur.

e/ *La cheminée* : Elle est composée d'une partie métallique (tuyau d'évacuation des gaz) et quelques briques réfractaires sont en place en permanence (fig 18g). Lorsque le four a été chargé et le laboratoire fermé, on construit le reste du conduit en briques réfractaires (fig 18h). Le **tirage** est **régulé** par **2 briques amovibles** taillées à façon qui sont situées à l'arrière du four. En position ouverte, elles laissent passer les gaz, en position fermée (poussées vers l'intérieur) elles bloquent la circulation des gaz dans le laboratoire, permettant ainsi un meilleur contrôle de la réduction (fig 20a,b).

f/ *Mesure de la température* : La température est mesurée au moyen de plusieurs **thermocouples*** (4 à 6) placés dans le laboratoire. Ils sont introduits dans le four par des perforations circulaires de 1 cm de diamètre percés à différents endroits dans le corps en briques (fig 18i) et qui sont obstrués durant la cuisson. Les données recueillies sont transmises à un **ordinateur**, installé à côté du four et équipé d'un logiciel de traitement, (fig 18j). Ces thermocouples mesurent la température chaque minute avec une précision de 0.2 °C.

1.2.II. Les fours électriques

a/ *Emploi de fours électriques* : Plusieurs **fours électriques** (fig 18k,l) de petites dimensions (laboratoire d'environ 1/10 m³) ont été utilisés **parallèlement** au **four à bois**. Ils ont principalement été employés pour la cuisson de carreaux d'argile et de glaçure. L'avantage de tels fours est qu'il n'y a **pas de cendre** (pollution des glaçures), qu'ils peuvent effectuer des **cycles longs sans surveillance** humaine (notamment de nuit) et nécessitent **peu de préparation** (combustible, enfournement progressif, etc.). Ainsi, l'utilisation des fours électriques a permis de gagner en temps lors de la préparation des expériences de re-création.

a/ *Premier four* : Le premier four utilisé a été un **four électrique de laboratoire** Carbolite HTC 1600 (fig 18k) pouvant atteindre 1600°C. Ce petit four **programmable** permet d'effectuer des montées, paliers et descentes contrôlés à quelques degrés près. Tout comme le four à bois, il est essentiellement constitué de briques réfractaires légères (silicium -aluminium) renforcées par une structure en métal. Quatre **résistances non protégées** permettent des cuissons en **atmosphère oxydante** et quelques **essais en réduction**. Pour la réduction, du **gaz²** peut être introduit par un orifice prévu à cet effet sur le côté du four. En cas de réduction trop forte ou prolongée les résistances sont altérées par les gaz réducteurs. Il a servi pour cuire des carreaux d'argile et glaçurés de petites dimensions (max 10 cm de côté).

b/ *Deuxième four* : Le second était un **four électrique pour émaux sur métal** (Ceradel 150 KF) (fig 18l) pouvant monter jusqu'à 1100°C, équipé d'un régulateur et d'un indicateur de température. La chambre se compose d'un matériau réfractaire dense et dur qui protège les **résistances cachées** entre la paroi et la coque extérieure en métal. Contrairement au précédent, ce four n'est pas programmable, mais ses résistances protégées permettent d'effectuer des essais en **réduction sans aucun risque**. Il a été utilisé pour effectuer des

² Gaz Nidron, appelé Nidrac 10, de la Société Linde gas. Il s'agit d'un mélange azote/hydrogène. (H₂ : 10 % et N₂ : 90 %).

grillages (métaux, ocre, etc.) et des **tests de viabilité de réduction** avec différents produits (fougère, gazette, naphthaline, etc.) ou conditions (réduction plus ou moins longue, intense, etc.) avant d'essayer au four à bois.

Four à bois et électriques employés au laboratoire du CRP2A (Bordeaux) pour les re-créations de céramiques glaçurées à décor de lustre métallique



Figure n 18

<p>a. Construction du four à bois destiné à la réalisation de décors de lustre métallique. Sur la photographie, l'assistant de M. Jean Girel, Miguel Calado et Patrice Voelkel (devant) effectuent les finitions de la paroi extérieure du four en briques réfractaires. Cette paroi construite en matériaux réfractaires est très importante car elle conditionne l'échange thermique du four avec l'extérieur (ph : M.Schvoerer, 2000).</p>	<p>b. Four à bois destiné aux cuissons de décor de lustre métallique utilisé au CRP2A. après quelques années d'utilisation le four n'a pas bougé, l'encadrement métallique le maintenant. Au fond, à gauche on trouve l'ordinateur qui mesure en divers points du laboratoire à l'aide de thermocouples, la température durant les cuissons (ph : C.Ollagnier, 2006).</p>	<p>c. Paroi externe en plaques et briques réfractaires. L'ensemble est entouré par des tiges métalliques qui rigidifient la structure et la renforcent (photo : Ollagnier, 2006).</p>
<p>d. Intérieur du foyer après cuisson réductrice : quelques cendres recouvrent le sol du foyer et les barres métalliques soutenant les branches de pin durant la cuisson. (ph : C.Ollagnier, 2006).</p>	<p>e. Laboratoire en cours d'enfournement pour une cuisson d'argile. Sur le côté gauche on aperçoit la plaque d'enfournement verticale qui doit dériver les flammes. Sur la sole* on peut voir les carreaux d'argile et les pilettes* qui supporteront le niveau suivant. Du bon assemblage des pilettes dépendra la stabilité des niveaux (ph : Ollagnier, 2004).</p>	<p>f. Laboratoire après une cuisson réductrice. La sole* et les parois, noircies par la fumée de carbone sont les témoins de la réduction qui s'est déroulée durant la cuisson. Aucune zone n'a échappée au dépôt « gras » de noir de carbone, hormis l'emplacement où se trouvaient les pilettes (ph : C.Ollagnier, 2004).</p>
<p>g. Partie fixe de la cheminée. Des briques réfractaires forment une structure qui reste en place en permanence, pour maintenir le tuyau métallique d'évacuation des gaz. Marquées de pointillés, les briques qui contrôlent le tirage. Elles sont ici en position ouverte (reculées) et laissent circuler les gaz dans la chambre. Lors de la réduction celles-ci seront avancées (vers la plaque de couverture) pour réduire la circulation des gaz et favoriser ainsi la réduction (ph : C.Ollagnier, 2004).</p>	<p>h. Cheminée montée. Des briques ont été posées sur la plaque d'enfournement pour finir le montage, s'assurant ainsi que les deux éléments sont en place pour que la cuisson ait lieu. Les gaz qui s'évacuent dans l'espace ouvert entre la plaque de couverture et les briques de tirage, sont guidés par les briques vers le tuyau d'évacuation et de là, vers la hotte d'évacuation de l'atelier (ph : C.Ollagnier, 2004).</p>	<p>i. Trois thermocouples ont été introduits dans la chambre, chacun à différents niveaux d'enfournement pour mesurer les différences de température. Une fois les thermocouples introduits dans les perforations prévues à cet effet, celles-ci sont colmatées avec des fibres réfractaires pour éviter les pertes de chaleur et de gaz réducteurs (photo : C.Ollagnier, 2004)</p>
<p>j. Système informatique relié aux thermocouples qui permet via un logiciel d'enregistrer l'évolution des températures des différents thermocouples durant la cuisson (ph : C.Ollagnier, 2004).</p>	<p>k. Four électrique Carbolite HT 1600 (labo : 9 x 9 x 15 cm). Ce four programmable permet d'effectuer des montées, paliers et descente contrôlés. Un orifice sur le côté gauche du four permet d'introduire des gaz réducteurs durant la cuisson (ph : C.Ollagnier, 2005).</p>	<p>l. Petit four électrique (labo : 12 x 8 x 14 cm) pour émaux sur métal Ceradel 150 KF après un essai de cuisson en réduction. Les traces noires au-dessus de la porte indiquent qu'il y a bien eu enfumage durant la cuisson. (ph : C.Ollagnier, 2006).</p>

1.3. Les principes et étapes d'une cuisson au four à bois

1.3.I. Préparation

a/ *Nettoyage et enfournement des carreaux* : La **veille** de la **cuisson**, le foyer ainsi que le laboratoire du four à bois sont **nettoyés** de possibles impuretés qui ont pu y pénétrer (cendres, particules volantes, feuilles, etc.). Les pièces à cuire sont **enfournées niveau par niveau** dans le laboratoire en fonction de leur taille et du type de cuisson. On installe en parallèle les **thermocouples** correspondants au niveau préparé et les supports de brique réfractaire qui permettent de poser la plaque du niveau d'enfournement suivant.

Une fois chargé, le laboratoire est fermé puis la partie mobile de la **cheminée** est construite et le tirage ouvert (fig 20a). Les jours entre les briques sont comblés par des **fibres réfractaires**. Ces étapes de nettoyage et d'enfournement durent de **1 à 2 heures** selon la quantité et le type de pièces enfournées (les glaçures avant cuisson sont très fragiles).

b/ *Les combustibles* : Pour débiter le feu, des morceaux de **bois de pin** écorcés d'environ 50 x 5 x 4 cm, sont fendus dans le sens de la fibre à la hache jusqu'à obtenir des planchettes d'environ 10 x 2 x 0,7 cm. A partir de 100°C, on utilise des morceaux de taille supérieure, soit environ de 25 x 5 x 4 cm. Pour les montées entre 800°C et 1000 °C, des morceaux entiers sont utilisés. Il faut environ **2 heures** de travail à une personne pour préparer le bois et remplir une caisse de 0.2 m³, quantité utilisée pour une montée à 1000°C.

Dans le cas d'une cuisson réductrice, le **combustible fumigène** est aussi préparé à l'avance. Des **fougères** sont cueillies dans la forêt des Landes, puis séchées à l'air libre. Lors de la préparation de la cuisson, elles sont groupées en petites bottes, dont la dimension est légèrement inférieure à celle de la bouche du foyer pour y pénétrer facilement.

1.3.II. Cuisson oxydante : exemple de protocole jusqu'à 1000°C

a/ *Démarrage et montée lente jusqu'à 100°C* : Le **jour** de la **cuisson** après quelques **vérifications** (brique réfractaire en place, thermocouples bien fixés, etc.), on dispose dans le foyer, des copeaux et les morceaux de bois de pin débités en planchettes (fig 19a,b). Le **logiciel** relié aux **thermocouples** est enclenché, quelques minutes avant que le feu ne soit allumé dans le foyer pour vérifier que tout fonctionne. Les briques qui régulent le tirage sont normalement en position ouverte pour laisser circuler l'air.

Le petit bois est utilisé pour débiter la cuisson jusqu'aux environs de 100°C, lorsque le feu commence à être stable. (fig 19c). Il faut de 1h30 à 2h00 pour effectuer cette montée, permettant à l'**humidité** contenue dans les **parois du four**, et à l'**eau** de **modelage** des carreaux de s'**évaporer**. C'est une étape essentielle mais sensible, car le moindre courant d'air peut éteindre cette flamme qu'aucune braise n'entretient encore.

b/ *Montée de 100 à 600°C* : Au-delà de 100°C, on utilise, combinés avec le petit bois, des **morceaux plus volumineux** (fig 19d). Jusqu'à 400°C la montée se fait lentement en douceur pour permettre l'**évaporation** de l'**eau structurelle** de l'**argile**. (fig 19e). La durée de cette phase dure en moyenne deux heures en fonction des conditions météorologiques. Pour protéger les braises qui commencent à se former, on ferme à demi la bouche du foyer à l'aide de briques réfractaires. Plusieurs points critiques apparaissent au-delà de 400°C. Le premier se situe à **573 ± 1°C** et correspond au passage du quartz de sa forme α à β qui se traduit par une augmentation de volume du matériau, au point de provoquer des éclatements (écaillage ou fracture) des objets (Rhodes, 2006). A ces températures, les flammes lèchent et nettoient le plafond du foyer des résidus carbonés qui le noircissent et le bois ne flambe plus au contact de la flamme mais directement à celui des gaz chauds.

c/ *Au-delà de 600°C* : Deux autres températures critiques se situant autour de **600** et de **800°C** sont liés à la dynamique du four (échanges gazeux, forme de la chambre, etc.). Si la cuisson n'a pas été menée correctement et que les échanges gazeux ne sont pas en équilibre, la température peut stagner à ces paliers de quelques minutes à plusieurs heures. Après **800°C**, les barres métalliques qui maintiennent le bois et les braises prennent une couleur rouge-orangée (fig 19f). Si besoin est, on introduit du bois qui entre instantanément en combustion. Au-delà de cette température, les barres et braises deviennent progressivement jaune-or puis blanches autour de **1000°C**.

d/ *La descente* : Quand la température souhaitée est atteinte, on peut soit effectuer un **palier**, soit entamer la **descente**. La bouche du foyer est alors complètement fermée, tandis que les briques de tirage sont partiellement fermées pour que la température ne baisse pas brutalement, créant ainsi des tensions dans les matériaux. On peut estimer qu'une **cuisson oxydante** en four à bois allant jusqu'à 950-1000°C nécessite entre **6 et 8h** de temps de **montée** et de **10 à 12h** de **descente**, soit une journée complète par cuisson.

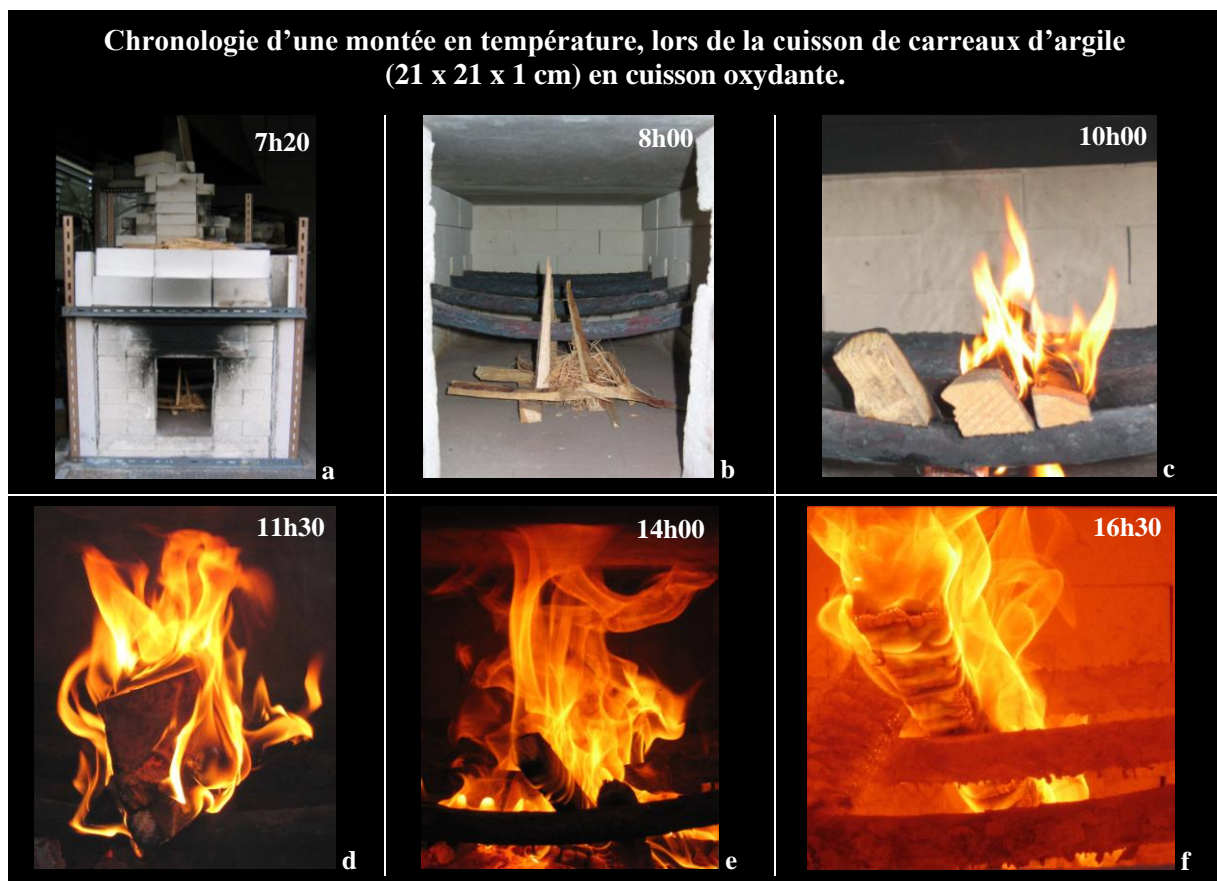


Figure n 19: a. Four à bois avant le début de la cuisson oxydante. (ph : C.Ollagnier, 2007).

b. Dans le foyer ont été déposés des copeaux et des morceaux de bois de pin débités. Ce petit bois est utilisé pendant environ deux heures jusqu'à 100°C (ph : C.Ollagnier, 2007).

c. A partir de 100°C on utilise, combinés avec le petit bois, des morceaux de pin de taille supérieure.

d. La température approche 300°C. La montée se fait toujours lentement pour favoriser l'évaporation de l'eau.

e. La température dans le laboratoire est comprise entre 400 et 800°C. Les flammes lèchent et nettoient le plafond noirci par des composés carbonés (ph : C.Ollagnier, 2007).

f. La température dans le laboratoire est proche des 800°C, le bois, les braises et les barres ont une couleur rouge-orangée. Au-delà de cette température l'ensemble devient jaune-or à blanc... et l'objectif n'apprécie plus.

1.3.III. Cuisson réductrice : pour réduire Cu^{2+} et Ag^+ en Cu^0 et Ag^0

a/ *Protocole* : Les premières étapes d'une cuisson réductrice sont identiques à celles d'une cuisson oxydante. Les différences apparaissent à la température choisie pour débiter la **réduction**, dans notre cas entre 500 et 650°C.

Les **briques** qui contrôlent le **tirage** sont ramenées en **position partiellement fermée** (fig 20b). On retire plusieurs briques fermant la bouche du foyer pour introduire le **réducteur**. Après introduction, la bouche est immédiatement refermée, et quelques secondes après apparaissent les premières fumées.

b/ *Tirage* : Si le **tirage** est trop **faible**, la **fumée** sera **renvoyée** vers l'extérieur par la bouche du foyer, au lieu de monter dans le laboratoire. Dans ce cas, il faut jouer sur les **briques de tirage** jusqu'à trouver le **débit correct** qui enverra la fumée directement dans le laboratoire, avant d'être aspirée par la cheminée.

Cette opération doit être effectuée au début de chaque cuisson, puis pendant la cuisson selon que l'on choisit une **réduction « douce »** (le tirage est légèrement ouvert - un peu d'oxygène circule) ou **« forte »** (le tirage est presque fermé – quasiment pas d'oxygène). Il peut cependant arriver qu'elles soient extrêmement brèves. On a tendance à enfumer de nouveau alors que les gaz réducteurs sont en cours de formation.

c/ *Les flammes réductrices* : Les flammes ont une **teinte orange** lorsque la **réduction** est **partielle** et deviennent d'un **bleu** de plus en plus **pâle** lorsque la **réduction augmente**, les flammes n'étant plus alimentées en oxygène.

En parallèle de ce changement de teinte, se produit un **ralentissement** progressif de l'agitation des **flammes**, toujours à cause du manque d'oxygène. Ces deux changements, sont des indicateurs de réduction, au même titre que les dégagements de fumée.

d/ *La fumée réductrice* : La **fumée** qui se dégage est **âcre** et de couleur **jaune**. Elle est riche notamment en **monoxyde de carbone** (CO), composé incolore et inodore mais dangereux car **toxique**. Le temps passé à enfourner le fumigène et à refermer le four doit être le plus bref possible pour éviter une intoxication (symptômes : douleurs musculaires, maux de tête, nausées, etc.).

e/ *La descente en température* : La **durée** de la **réduction**, son **intensité** et son **alternance** avec des **phases oxydantes** dépendent du protocole choisi. Une fois celui-ci achevé, le four est clos au maximum pour **éviter** une **réoxydation** durant la **descente**.

Les briques de tirage sont placées en position fermée et les jours de l'ouverture du foyer sont colmatés avec de l'argile.

On peut estimer la durée d'une **cuisson réductrice**, pour un four de dimensions identiques à celui employé au CRP2A, entre **6 et 12h** pour la **montée** et **12 heures à 3 jours** pour la **descente** par inertie.

Configuration en phase oxydante ou réductrice du four à bois utilisé à Bordeaux pour les re-créations de décor de lustre métallique.

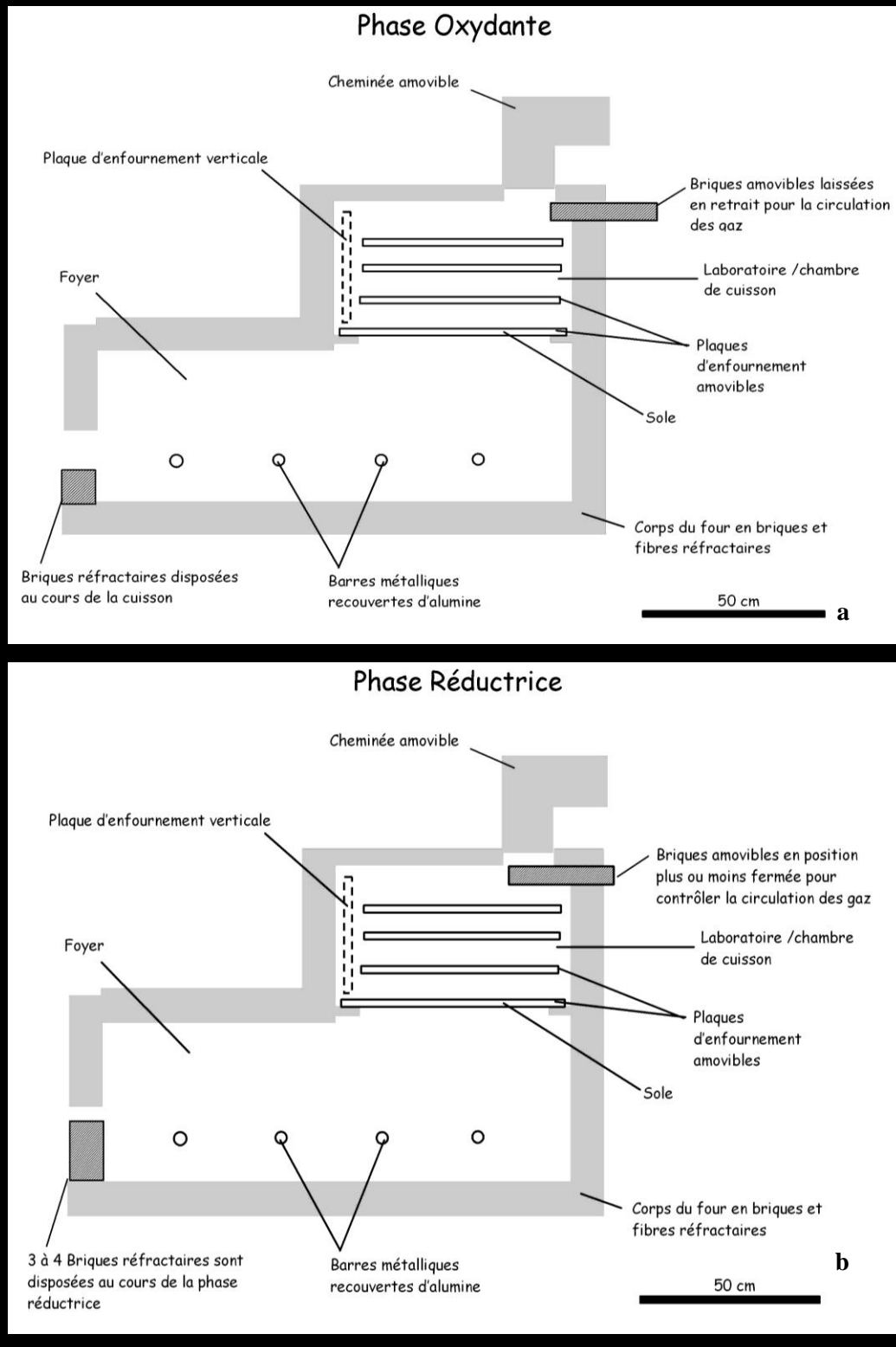


Figure n 20 : a. Lors de la phase oxydante d'une cuisson, les ouvertures (foyer et cheminée) sont laissées libres pour permettre la circulation de l'oxygène.

b. Durant la phase réductrice du traitement thermique, la bouche du foyer et la cheminée sont fermées, permettant ainsi un bon enfumage du laboratoire.

2. Le support céramique : la terre cuite

2.1. Choix de l'argile

2.1.I. Première série d'essais

La première argile employée fut une argile industrielle*(société Solargil) dénommée **FAM 5** de couleur gris/beige crue et cuisant **blanc**. L'intérêt de ce support est sa couleur blanche après cuisson qui se rapproche de ceux de Kairouan (terre très légèrement teintée de jaune). On c'est pourtant rapidement rendu compte qu'elle présentait, d'après les résultats d'analyse une teneur en calcium bien inférieure à celle de la terre cuite des échantillons de Kairouan (Kairouan : 21.41 ± 0.76 % ; Fam 5 : 9.22 ± 0.71 %) (tableau 2).

On a attribué à cette faible teneur en **calcium** la formation de nombreuses **tressaillures** profondes dans la glaçure de re-création (fig 21a), à cause de coefficients de dilatation qui n'ont pas été mesurés (le laboratoire ne disposant de dilatomètre), mais qui, manifestement, à l'expérience, s'avèrent très différents entre les deux matériaux. Les tressaillures fragilisent les glaçures et laissent pénétrer l'eau chargée d'impuretés, en altérant leur perception. Le problème des tressaillures ne se posait pas lors de nos premiers essais, car on utilisait des glaçures issues de frites* industrielles adaptées à un type de support pauvre en calcium et créant peu de tressaillures. Ayant pris le parti de re-crée la glaçure de Kairouan, ou du moins de nous en approcher le plus possible, nous avons choisi d'utiliser un autre support céramique.

2.1.II. Seconde série d'essais

Divers essais ont été réalisés. Ils ont conduits à sélectionner, une argile naturelle* dite de **Cézac** (Gironde). Cette terre crue de couleur verte devient **rouge** après cuisson, ce qui explique qu'elle ait été utilisée pour la fabrication locale de tuiles. Les résultats obtenus sont meilleurs qu'avec l'argile FAM 5, les **tressaillures** étant nettement plus rares et moins profondes (fig 21b) grâce à une teneur en **calcium** plus élevée, proche de la teneur des échantillons de Kairouan (CaO : 24.03 ± 0.81 %) (tableau 2). Malheureusement, la couleur rouge du support est légèrement perceptible à travers la glaçure de re-création, celle-ci ne contenant que très peu d'étain pour l'opacifier. Il ne faut pas oublier que cette glaçure ayant été conçue pour des carreaux bien particuliers, le pourcentage d'oxyde d'étain introduit a pu être déterminé par l'artisan mésopotamien, en fonction de la couleur obtenue sur le support céramique. Cette particularité étant jugée peu satisfaisante, nous avons décidé de changer à nouveau de support.

2.1.III. Choix final

Après avoir testé d'autres argiles (15 au total) (tableau 3) notre choix s'est porté sur une terre industrielle de couleur grise, cuisant **blanc**, la **FT 244 B** de la société Ceradel. Sa teneur en **calcium** est intermédiaire entre Cézac et FAM 5 avec un Cao à 15.35 ± 1.93 % (fig 22, tableau 2).

La glaçure posée sur cette terre présente de rares **tressaillures** peu profondes (fig 21c), ce qui traduit une bonne adéquation entre les deux matériaux. On a essayé de rapprocher encore l'objectif visé en ajoutant d'avantage de calcium, de fer et de potassium mais les résultats n'étant pas concluants (terre virant au rouge à cause du fer, mauvaise pénétration des éléments, etc.), nous avons préféré nous en tenir à l'argile telle quelle.

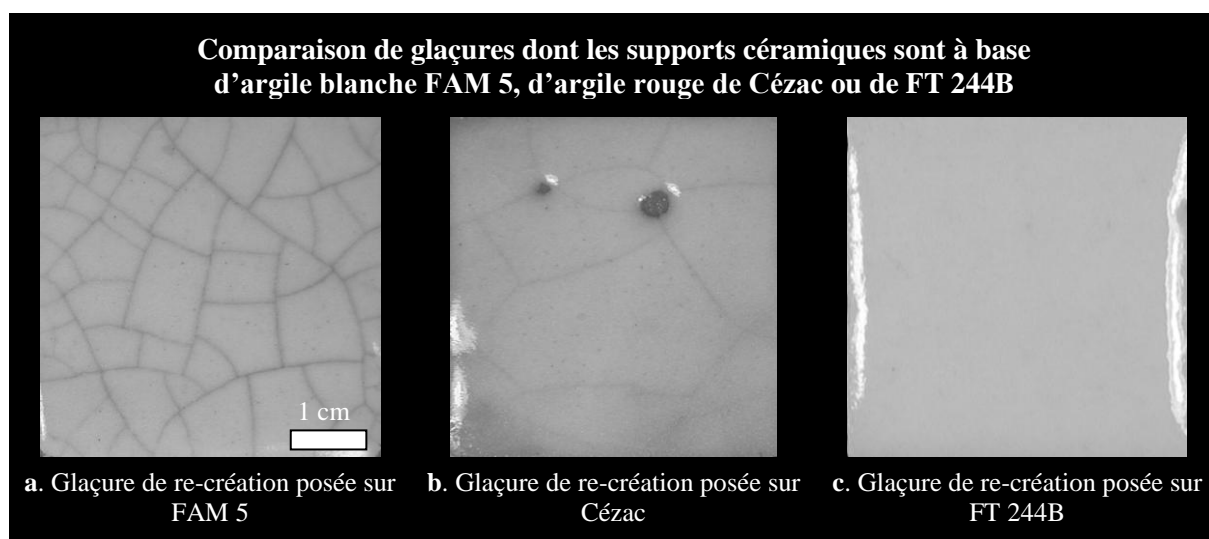


Figure n 21 : a. La glaçure posée sur l'argile FAM 5 est parcourue d'un réseau profond de tressaillures (grandes et petites) (ph : C.Ollagnier).

b. La glaçure posée sur le support Cézac, comporte nettement moins de tressaillures qui sont également peu profondes, ainsi que deux zones de retrait (la terre est visible) (ph : C.Ollagnier).

c. La glaçure posée sur le support FT 244B, ne présente pas ou peu de tressaillures, les coefficients de dilatation des matériaux étant les mêmes (ph : C.Ollagnier)

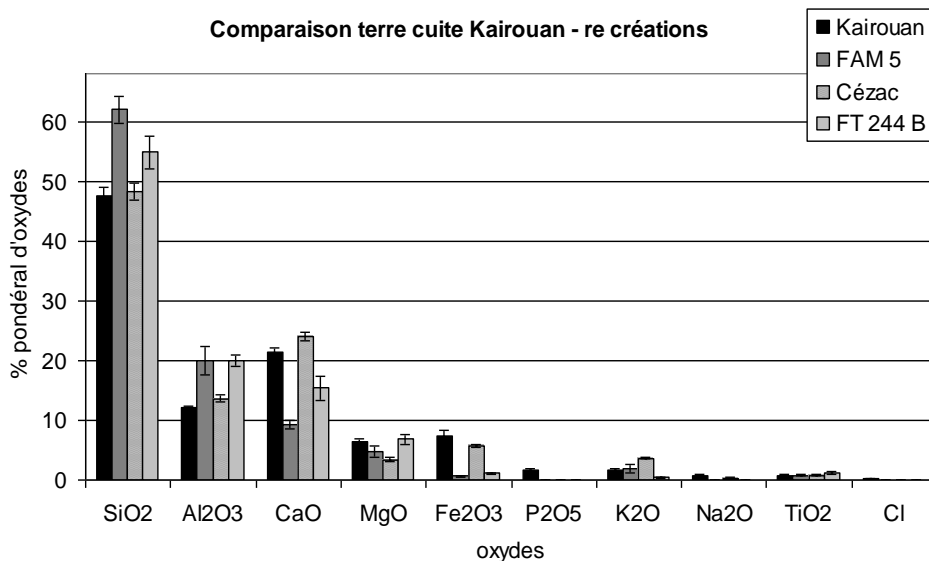


Figure n 22 : Histogramme des teneurs en constituants majeurs des terres cuites des carreaux de Kairouan (valeur moyenne) et des terres cuites utilisées pour la re-création (FAM 5, Cézac et FT 244 B). Le choix final s'est porté sur la terre cuite FT 244 B.

Terre cuite	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂	Cl
Kairouan	47.57 ± 1.38	12.01 ± 0.42	21.41 ± 0.76	6.43 ± 0.37	7.42 ± 0.89	1.71 ± 0.2	1.65 ± 0.27	0.8 ± 0.1	0.79 ± 0.19	0.21 ± 0.09
FAM 5	61.96 ± 2.19	19.99 ± 2.45	9.22 ± 0.71	4.86 ± 0.95	0.66 ± 0.07	nd	1.92 ± 0.71	nd	0.8 ± 0.1	nd
Cézac	48.28 ± 1.41	13.66 ± 0.68	24.03 ± 0.81	3.41 ± 0.3	5.8 ± 0.24	nd	3.66 ± 0.17	0.33 ± 0.05	0.82 ± 0.12	nd
FT 244 B	54.83 ± 2.29	19.98 ± 0.97	15.35 ± 1.93	6.82 ± 0.31	1.15 ± 0.12	nd	0.37 ± 0.04	nd	1.18 ± 0.12	nd

Tableau n 2 : Composition élémentaire des terres cuites de Kairouan (moyenne) et FAM 5, Cézac et FT 244 B utilisées pour les re-créations. (10 mesures par échantillon effectuées sur des surfaces de 2160 x 1751 μm²).

Argiles	FAM 5 (2003-2004)	Cézac (2005)	FT 244 B (2005-2009)
Couleur terre crue	Grise	Verte	Grise
Couleur terre cuite	Blanche	Rouge	Blanche
Provenance de l'argile	Industrielle, prévue pour le modelage/tournage	Naturelle, aucun traitement préalable avant utilisation.	Industrielle, prévue pour le modelage/tournage
Texture	Fine, dégraissant très fin (L : ≤ 1 mm), facile à travailler à la main	Assez fine, dégraissant très fin (L : ≤ 1-2 mm), difficile à travailler car collante	Fine, dégraissant très fin (L : ≤ 1 mm), facile à travailler à la main
Température de cuisson (oxydante)	Estimée à 980-1050°C	Estimée autour de 980°C	Estimée entre 1000-1050°C
Comportement de la glaçure après cuisson	Nombreuses et profondes tressaillures	Quelques tressaillures peu profondes	Rares tressaillures peu profondes
Avantage(s)	Couleur blanche	Peu de tressaillures	Couleur blanche, peu de tressaillures.
Inconvénient(s)	Tressaillures nombreuses et profondes, très visibles	Couleur rouge qui fait ressortir les tressaillures peu nombreuses mais très visibles	Rares tressaillures
Durée	1 journée de modelage (1h par carreau de 21x21x1 cm) + 3 à 10 jours de séchage selon la dimension du carreau + 1.5 jour de cuisson		

Tableau n 3 : comparaison des argiles utilisées pour la re-création. Le passage de l'argile brute au carreau de terre cuite nécessite entre 5.5 et 12.5 jours (travail + séchage) en fonction de la dimension souhaitée. Lorsque la cuisson s'effectue en four électrique on gagne une demi-journée à une journée.

2.2. Protocole de préparation et cuisson

2.2.I. Les éprouvettes

Les « éprouvettes » réalisées avec cette argile ont été fabriqués en **plusieurs dimensions** en fonction des besoins et des tests prévus, de **2 x 2 x 1 cm** à **21 x 21 x 1 cm** (dimensions des Kairouan). Pour les réaliser, l'argile déjà désaérée est **fractionnée** en morceaux d'environ 500 g, aplatie au rouleau jusqu'à une épaisseur de 1 cm, puis découpée au couteau. La forme est réalisée à l'aide de **modèles** en carton (21 x 21 x 1 cm) d'**emporte-pièces** en aluminium (5 x 10 x 1 cm et 10 x 10 x 1 cm) et en matière plastique (2 x 2 x 1 cm). Cette **terre** assez **compacte** nécessite un **séchage** à l'**air libre**, de 3 à 10 jours pour les plus grands carreaux. Pour aller plus vite, les petites pièces sont pré-séchées à l'aide d'une **étuve** atteignant 60°C. Les pièces de 10 x 10 x 1 cm ne peuvent pas être pré-séchées étant donné la tendance des angles d'argile à se relever durant le séchage, ce qui déforme les objets.

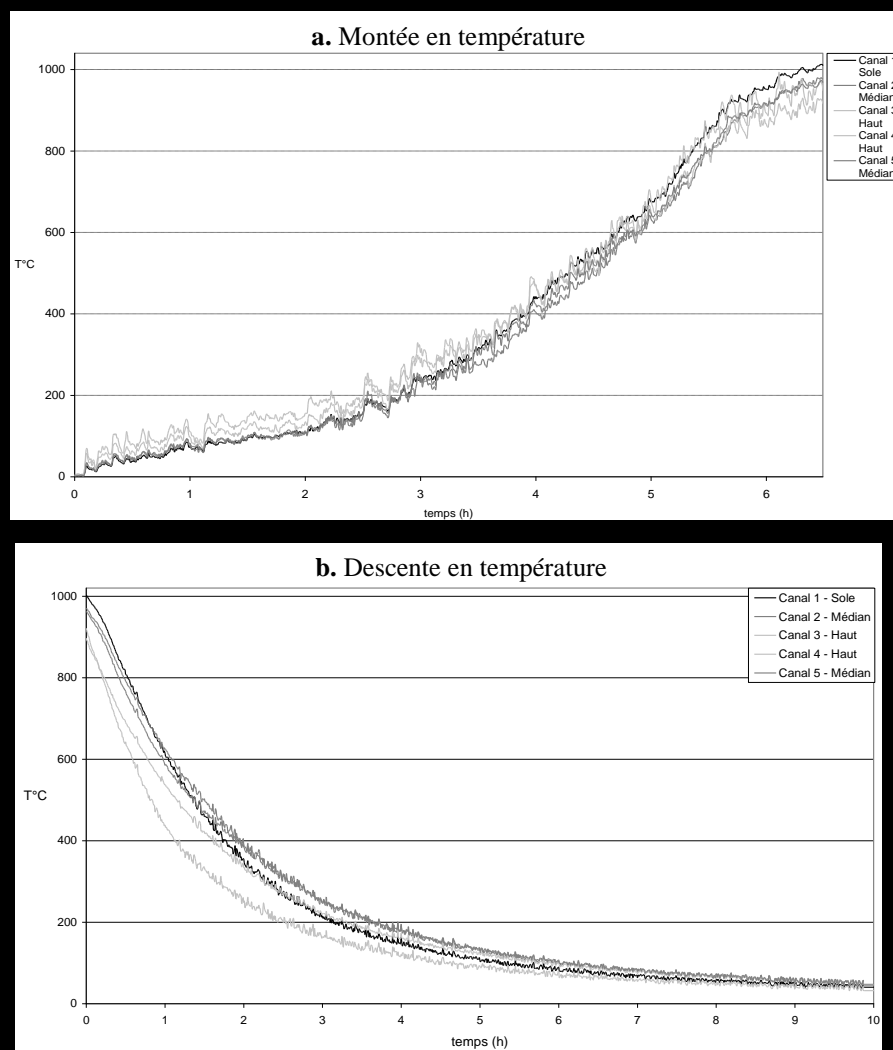
2.2.II. Traitement thermique

Les **carreaux secs** sont ensuite **enfournés** puis cuits au four électrique (pièces jusqu'à 10 x 10 x 1 cm) ou en four à bois (au delà de 10 x 10 x 1 cm) entre 1000 et 1050°C, température contrôlée par des thermocouples. Comme nous l'avons dit précédemment (voir cuisson oxydante), la **cuisson oxydante** est lente pour permettre à tous les changements physico-chimiques de se produire sans que objets ne se brisent. Une **montée** typique durera au minimum **6 heures** (fig 23a) avec une montée lente, à 100°C/h environ puis une montée régulière jusqu'à 1000°C. Elle est suivie d'une **descente** qui dure environ **12 h** (fig 23b).

Étant donné que les **thermocouples** (de 3 à 6) placés à chaque niveau du four (sole/niveau bas, médian, haut) donnent des valeurs décalées (l'écart peut atteindre plusieurs

dizaines de degrés entre le niveau bas et le haut), il faut constamment surveiller le four à bois durant la montée pour éviter une erreur pouvant provoquer la dislocation des carreaux durant la cuisson (coup de feu, baisse trop rapide, vaporisation brusque de l'eau, etc.). Cet écart est dû à une **circulation** différente des **gaz chauds** entre les niveaux du laboratoire. Les plaques réfractaires de ces différents niveaux peuvent **freiner** partiellement l'agitation thermique. La **conduite** de la **cuisson**, la **forme** du **laboratoire** (chambre avec ou sans voute, etc.) et les **conditions météorologiques** (air sec, humidité, température ambiante, etc.) influent à l'évidence sur la cuisson des objets. Pour contourner la difficulté, nous avons utilisé un four électrique programmable pour les petits objets.

Figure n 23 : Courbes de montée et descente d'une cuisson de terre cuite réalisée avec le four à bois du CRP2A



a. La montée jusqu'à 200°C se fait lentement, en presque 3h. Le reste de la montée est plus rapide, les 1000°C étant atteints en un peu plus de 6 h. La température varie d'un niveau à l'autre dans le laboratoire, selon la circulation des courants chauds dans le laboratoire. Avec la montée à des hautes températures, la différence s'amointrit.

b. courbe de descente oxydante de carreaux de terre cuite de re-création (janvier 2004). La descente se fait four fermé par inertie, sans intervention humaine. Comme on le constate la température diminue assez rapidement, passant de 1000°C à 400°C en 2 heures. On note un sensible décalage entre les niveaux du four.

2.3. Caractérisation physique des terres cuites obtenues

2.3.I. Observations en lumière naturelle et cathodoluminescence

a/ *Lumière naturelle* : La texture de la terre cuite obtenue en re-création est sensiblement différente de celle des carreaux de Kairouan. En lumière naturelle, on observe

que les terres sont **blanchâtres** (légèrement teintée de jaune pour la re-création) (fig 24), de **texture très fine** avec quelques **pores** de dimensions comprises entre 50 et 200 μm . Cette finesse s'explique par des décantations successives de l'argile, avec un broyage et une calibration des dégraissants (notamment pour la re-création).

b/ *Cathodoluminescence* : Leur **cathodoluminescence** est très **différente**. La terre cuite de Kairouan a une **luminescence** intense **rouge** ponctuée de **jaune** (fig 24a), contrairement à la FT 244 B dont la luminescence **orange** ponctuée de **bleu** est peu intense (fig 24b). Les émissions rouges et jaunes sont dues à la présence d'impuretés de manganèse Mn^{2+} dans les **carbonates dolomitiques** formés (forte teneur en CaO et Mg) (rouges) et les **carbonates de calcium** (jaune). Dans la terre de re-création, l'émission orange correspond à des **carbonates de calcium** et le bleu à des **felspathoïdes** de potassium (Schvoerer *et al*, 1986 ; Schvoerer *et al*, 2009).

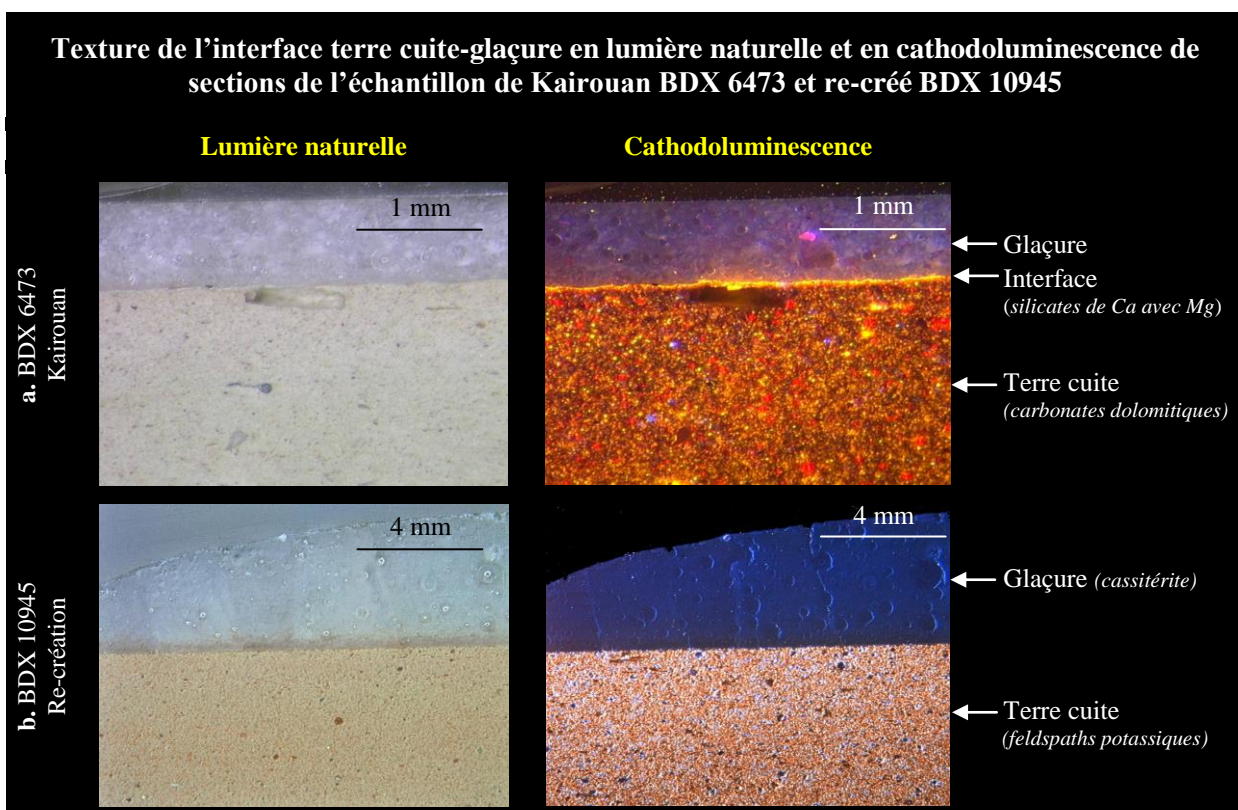


Figure n 24 : a. La section d'un carreau de Kairouan présente une caractéristique majeure : la présence d'une interface terre cuite/glaçure qui luminesce en jaune-orangé. Cette interface indique que le support céramique et la glaçure ont été cuits en une seule et même cuisson, dite monocuisson.

b. Aucune interface luminescente terre cuite/glaçure n'est visible sur le carreau de re-création, qui a été réalisé en deux cuissons : une pour le support céramique, l'autre pour la glaçure. La maîtrise de la monocuisson étant complexe et les essais peu concluants, la double cuisson a été privilégiée lors des re-créations.

2.3.II. Analyse cristallographique

L'analyse **cristallographique** (diffraction de rayons X) des terres cuites de **Kairouan** met en évidence la présence de **diopside d'aluminium**, de **quartz**, de **géhénite** (tableau 4) (Bobin, 2001). On retrouve dans la terre cuite de **re-création**, le **quartz**, le **diopside d'aluminium**, la **géhénite** avec en plus des cristaux d'**albite** (tableau 4). Le diopside et la géhénite étant des phases de **haute température**, on peut penser que les supports céramiques

ont atteint une température minimum de 900°C. C'est le cas des carreaux de re-création, probablement aussi pour les originaux de Kairouan.

Cristal	Terre cuite de Kairouan	Terre cuite de re-création (FT 244 B)
Quartz(SiO ₂)	X	X
Albite (NaAlSiO ₄)		X
Diopside d'aluminium (Ca(Mg, Fe, Al)(Si, Al) ₂ O ₆)	X	X
Gelhénite (Ca ₂ Al[Al ₂ SiO ₇])	X	X

Tableau n 4 : Composition cristallographique des supports céramiques de Kairouan et de la terre cuite FT 244 B utilisée pour la re-création. Les deux terres cuites ont en commun le quartz, ainsi que le diopside d'aluminium et la gelhénite. Le diopside et la gelhénite étant des phases de haute température, on peut penser que les supports céramiques ont atteint une température minimum de 900°C.

2.3.III. Examen de la texture en microscopie électronique

La microscopie électronique à balayage confirme la **finesse** de la texture des terres cuites, notamment celle de Kairouan qui présente une faible **porosité** de **petites** dimensions. Tout comme la fine granulométrie, ceci indique un **travail soigné** et des céramistes d' **expérience** , car le rythme de travail d'un atelier était soutenu et les carreaux produits rapidement. Un céramiste habitué à ce type de travail, partant d'une argile soigneusement préparée, peut produire un carreau de 21x21x1 cm en moins de **2 minutes** (observé lors d'un séjour en Sicile), à la différence de non expérimentés (ce qui est notre cas) qui ont besoin de près d'une heure.

Une argile doit être travaillée peu de temps, car plus la durée augmente plus elle perd de sa souplesse, emprisonne des bulles d'air et des gouttes d'eau. Ceci explique que les terres cuites de **re-création** présentent parfois des **porosités** comprises entre 10 et 100 µm, ainsi que quelques cristaux de mêmes dimensions aux formes aciculaires, indicateurs d'un broyage puis d'un tamisage en usine.

En résumé

La terre cuite (FT 244 B) utilisée pour les re-créations des carreaux de céramique de Kairouan, est une terre fine et blanche dont le coefficient de dilatation est physiquement compatible avec la glaçure re-créée. De plus, sa couleur claire augmente l'impression de blancheur de la glaçure opaque posée dessus. Même si ce support méritait d'être amélioré, il permet de remplacer l'argile irakienne que nous n'avons pu nous procurer, pour être au plus proche du modèle choisi. En attendant, il constitue un support convenable pour la glaçure re-créée au laboratoire.

3. La glaçure

3.1. Premiers essais

3.1.I. Un choix à faire

a/ *Re-cr  er une glaçure* : Ayant pris le parti d'**abolir** compl  tement les **frittes industrielles**³, nous avons opt   pour la cr  ation d'une glaçure, en partant des r  sultats d'analyses   l  mentaires des glaçures de Kairouan (Bobin, 2001) (fig 6a). Nous avons   galement contact   des c  ramistes qui ont confirm   que cette composition **n'existait plus**, celle-ci leur semblant   tonnante (ne peut fondre, peu d'opacifiant). Les **calculs** n  cessaires pour aboutir    la recette du m  lange glaçurant ont pris en compte la **composition moyenne** de la glaçure    re-cr  er, l'**homog  n  t  ** suppos  e de la composition, la **conservation** des quantit  s au cours de la cuisson (sauf pertes d'  l  ments H, C ou O), ainsi que les mati  res premi  res choisies.

b/ *Choix des mati  res premi  res* : Ces mati  res premi  res ont   t   choisies en fonction de leur **disponibilit  **, de leur **composition** (pas de zinc, ni de mat  riaux contemporains) et des r  gles de **s  curit  ** (plomb notamment). Ne sachant pas quels ont   t   les mat  riaux d'origine (forme du plomb, frittes, argiles ?) ou ne pouvant/voulant pas utiliser les mat  riaux m  di  vauX (cendres v  g  tales, groisil, etc.) nous nous sommes adapt  s en utilisant des mati  res premi  res "simples" sous formes de poudres ou de mat  riaux broyables (tableau 5). Une fois les mati  res premi  res choisies, il a fallu acc  der aux **masses molaires** de chaque oxyde, puis composer pour **calculer** les **proportions** n  cessaires (tableau 6b). La pr  sence de nombreux **carbonates** en quantit   importante, laisse pr  voir un fort **d  gazage** (CO₂) durant la cuisson.

Mati��res premi��res employ��es pour la re-cr��ation de la glaçure au CRP2A	
Mati��re premi��re	Nature
sable de Marcheprime	sable blanc quartzeux provenant de Marcheprime (Gironde) se composant de silicium (SiO ₂ : 97.47 ± 0.19 %) ainsi que de quelques feldspaths potassiques (dont micas) (Al ₂ O ₃ : 2.05 ± 0.10 % et K ₂ O : 0.48 ± 0.10 %).
disilicate de plomb	cette fritte de verre au plomb (Na ₂ O : 3.48 ± 0.1 % ; Al ₂ O ₃ : 2.1 ± 0.09 % ; SiO ₂ : 33.22 ± 0.25 % ; K ₂ O : 1.71 ± 0.1 % et PbO : 59.49 ± 0.16 %) est l'une des formes de plomb autoris��e, hormis pour les contacts alimentaires.
carbonate de sodium	cette forme (Na ₂ CO ₃) permet d'introduire le sodium sans autre apport. Il faut travailler en atmosph��re s��che, car le carbonate est soluble dans l'eau.
carbonate de potassium	cette forme (K ₂ CO ₃) permet d'introduire le potassium sans autre apport. Il faut travailler en atmosph��re s��che, car le carbonate est soluble dans l'eau.
dolomite	carbonate double de calcium et de magn��sium, tr��s utilis�� en c��ramique comme source de magn��sium.
oxyde de magn��sium	permet d'introduire du magn��sium sans apport de calcium.
alumine	permet d'introduire de l'alumine sans autre apport, contrairement �� l'utilisation de feldspaths.
oxyde d'��tain	opacifiant de la glaçure.

Tableau n 5 : Produits utilis  s pour la re-cr  ation de la glaçure. Ils ont   t   choisies en fonction de leur disponibilit  , des r  gles de s  curit   et de la composition recherch  e. Les mat  riaux les plus sensibles sont les carbonates de sodium et de potassium qui sont solubles dans l'eau et doivent donc   tre tenus au sec.

³ **Fritte** : mat  riaux (poudres, fragments), chauff  s    sec. Il peut s'agir d'un support c  ramique (grains de quartz soud  s par une phase argileuse) ou d'un verre (vitrification des poudres).

Composition moyennée de la glaçure de Kairouan et son équivalent en matières premières (compositions et masses) employées pour la re-création au CRP2A			
a. Glaçure de Kairouan		b. Matières premières de la glaçure de re-création	
Oxydes	% p. oxydes	Matière première	Composition
Na ₂ O	6.68 ± 0.58	Carbonate de sodium	Na ₂ CO ₃
MgO	3.42 ± 0.4	Dolomite	Idem
Al ₂ O ₃	1.86 ± 0.66	Oxyde de magnésium	MgO
SiO ₂	66.5 ± 1.26	Alumine	Al ₂ O ₃
P ₂ O ₅	1.1 ± 0.29	Sable de Marcheprime	100% SiO ₂
Cl	0.67 ± 0.06	Phosphore	-
K ₂ O	3.07 ± 0.23	Chlore	-
CaO	5.06 ± 0.56	Carbonate de potassium	K ₂ CO ₃
MnO ₂	0.46 ± 0.06	Dolomite	CaCO ₃ 1, MgCO ₃ 0.82
Fe ₂ O ₃	0.94 ± 0.2	Manganèse	-
SnO ₂	2.05 ± 0.83	"Impureté" du sable	-
PbO	7.87 ± 0.97	Oxyde d'étain	SnO ₂
		Disilicate de plomb	PbO 1, SiO ₂ 2.48
			Masse (g)
			12.7
			0.3
			2
			60
			0
			0
			4.4
			16.2
			0
			0
			2.7
			14.9

Tableau n 6 : Le sable est considéré comme composé uniquement de quartz, car il est trié puis tamisé avant broyage, ce qui diminue notablement le pourcentage d'impuretés. Le phosphore, le chlore (provenant de pollution) et le manganèse (impureté de l'un des matériaux) étant présents sous forme de traces n'ont pas été pris en compte dans le mélange de re-création.

3.1.II. Problème pratique : la solubilisation des alcalins

Les poudres et le sable sont **pesés et mélangés**. On ajoute 50 ml d'eau pour 100 g de poudre. Le mélange glaçurant obtenu ressemble à un « **lait** » appliqué par **coulage** sur des carreaux de terre crue ou cuite en FAM 5. Après avoir **séché**, le tout est **cuit** au four à bois selon le même protocole que celui de l'argile. Un premier essai donna des **résultats désastreux** avec la présence de bulles, craquelures, glaçure sous-cuite (aspect granuleux et sec) et détachements par plaques, etc.

Les analyses ont révélé que les alcalins du mélange étaient absents de la glaçure, ceux-ci ayant dû être éliminés lors du séchage du mélange glaçurant (les carbonates de sodium et de potassium sont solubles dans l'eau) et de la montée en température du four. Cette **absence de fondant** explique la sous-cuisson de la glaçure qui n'a pas fondu, car la température était trop basse (fusion du quartz : 1710°C). Nous avons alors décidé de fabriquer notre glaçure de re-création à partir non plus de poudres « crues », mais d'un **mélange déjà fritté**.

3.2. Création d'une fritte

3.2.I. Préparation du mélange en poudre

Nous entendons ici par **frittage**, une opération consistant à « cuire » les **poudres** jusqu'à obtention d'un **verre**, une fritte étant un ensemble de grains réunis par pression et soudés par un film vitreux obtenu par chauffage. Cette fritte est ensuite **broyée** puis utilisée comme mélange glaçurant. De nombreux céramistes contemporains emploient cette solution car facile d'utilisation (il suffit de mélanger la poudre avec de l'eau) et d'une qualité constante (fabrication **industrielle** qui assure un suivi de la composition).

Nous nous sommes renseignés auprès de professionnels pour obtenir assez de fritte en une seule fois, mais la plus petite quantité réalisable par un four d'essai étant d'une centaine de kilos, nous avons dû renoncer. Nous avons donc préparé la fritte au laboratoire.

Celle-ci se compose à l'identique de nos premiers essais, à savoir l'utilisation des matériaux sous forme de **poudre**. Le seul produit devant être « **préparé** » est le **sable** de Marcheprime, qui est **nettoyé** (retrait des impuretés millimétriques), lavé et **tamisé** à 200 μm . Il a ensuite été **broyé manuellement** (fig 25a,b,c) et non mécaniquement (fig 25d), malgré les avantages du procédé mécanique (temps, dimension de grains). En le broyant manuellement au mortier en porcelaine (fig 25a), on obtient en 10 minutes environ 8 grammes d'une poudre blanche de **texture très fine** (identique à de la farine ou du talc) (fig 25b), contenant quelques grains dont le calibre est supérieur aux autres (fig 25c). Quelques uns de ces grains non fondus seront visibles dans la glaçure et participeront à son opacification.

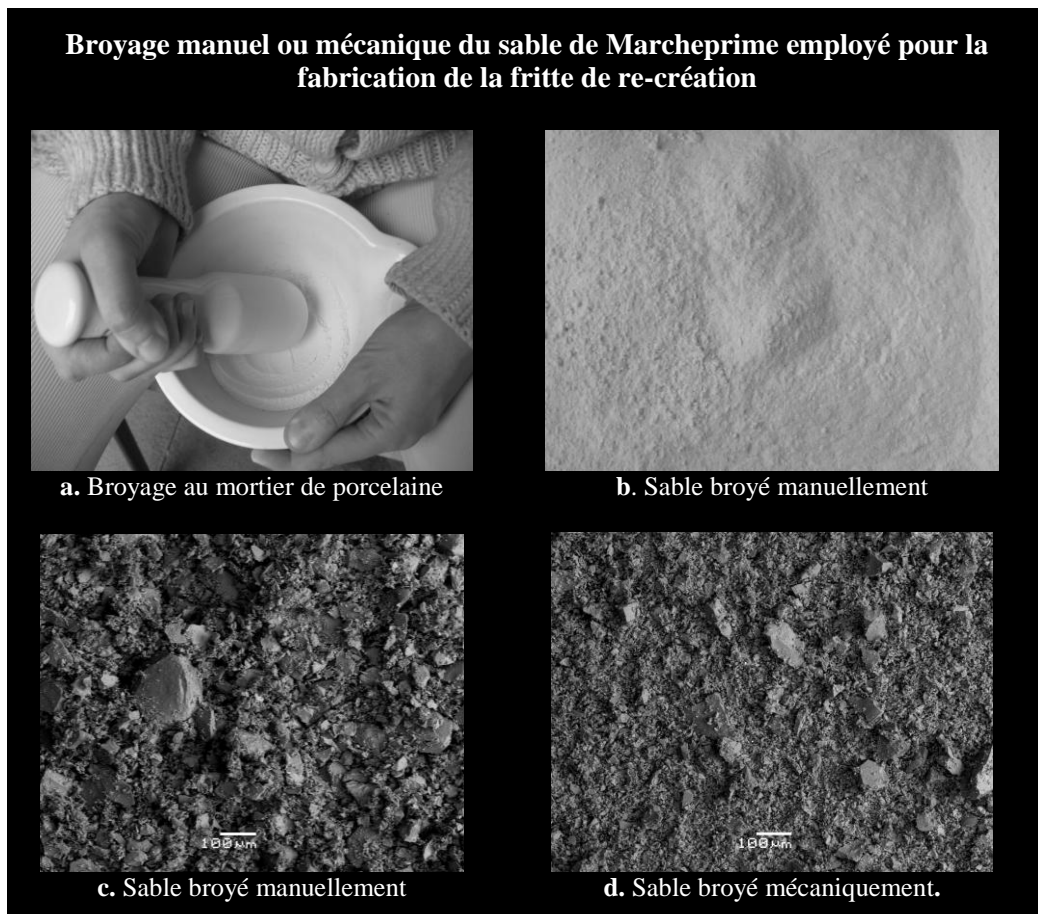


Figure n 25 : a. Broyage du sable de Marcheprime au mortier de porcelaine. N'ayant pas de meule ou de pilon de pierre, nous avons utilisé un mortier.

b. Sable de Marcheprime après broyage manuel. Cette poudre blanchâtre à une texture très fine (identique à de la farine ou du talc).

c. Image en mode électrons rétrodiffusés de sable de Marcheprime broyé manuellement. Ce sable comporte quelques grains de 200 μm à faciès aigu qui subsistent sur un fond de grains de dimensions variable (ph : C.Ollagnier).

d. Image en mode électrons rétrodiffusés de sable de Marcheprime broyé mécaniquement. Ce sable à une texture plus fine que le sable broyé manuellement, quelques grains avoisinant les 100 μm (ph : C.Ollagnier).

3.2.II. Chauffage en creusets

Dans l'impossibilité pratique (pas de matériel approprié) et de sécurité, d'échantillonner un mélange en fusion du four, nous avons opté pour la fabrication de **creusets en terre cuite**. Des creusets d'une dizaine de centimètres de diamètre pour vingt à trente de haut ont été modelés à la main dans l'argile, puis cuits au four à bois en même temps que des carreaux. Le mélange glaçurant est ensuite introduit à sec (fig 26a), la poudre remplissant les creusets aux 2/3 pour éviter le débordement du mélange en phase de fusion.

Le **chauffage** atteint environ **1000°C**, soit avec des carreaux d'argile, soit lors d'une cuisson spécifique. Celle-ci ne comporte pas de **phase réductrice** et est protégée des **cendres** volantes qui iraient contaminer le mélange en fusion, le teintant en gris. La cuisson de la fritte au four à bois, permet de produire plusieurs centaines de grammes de matière (selon le volume et le nombre des creusets) mais demande beaucoup de temps pour la préparation des poudres et la fabrication des creusets (tableau 7).

Les fours électriques utilisés ne permettant de traiter que de petites quantités de matière (dimensions réduites des chambres), des creusets ont été façonnés. Malgré cela, le four électrique présente l'avantage de permettre des cuissons oxydantes en permanence, sans pollution (influençant la teinte des glaçures) et sans surveillance constante. Nous avons opté pour ce type de cuisson parallèlement aux cuissons au four à bois.

3.2.III. Résultat du frittage au laboratoire

Le résultat obtenu après refroidissement est un **verre opaque blanc** contenant de nombreuses **bulles**, témoins des dégazages subis durant la montée en température (fig 26b). Ce verre est pris dans de la **terre cuite** qui doit être **brisée** au marteau pour récupérer la matière. Le verre qui a adhéré aux parois de terre n'est pas récupéré, car de possibles échanges ont pu avoir lieu durant la fusion du mélange. Les fragments sélectionnés, **fragiles** et très **coupants**, sont ensuite concassés, **broyés** puis tamisés à 100 microns (maille des glaçures dites fines). La fritte est alors **conservée** dans des récipients hermétiques jusqu'à utilisation. Toutes ces étapes, malgré leur **longueur** (plusieurs jours pour deux personnes) (tableau 7) sont nécessaires pour pouvoir ensuite donner naissance à la glaçure.

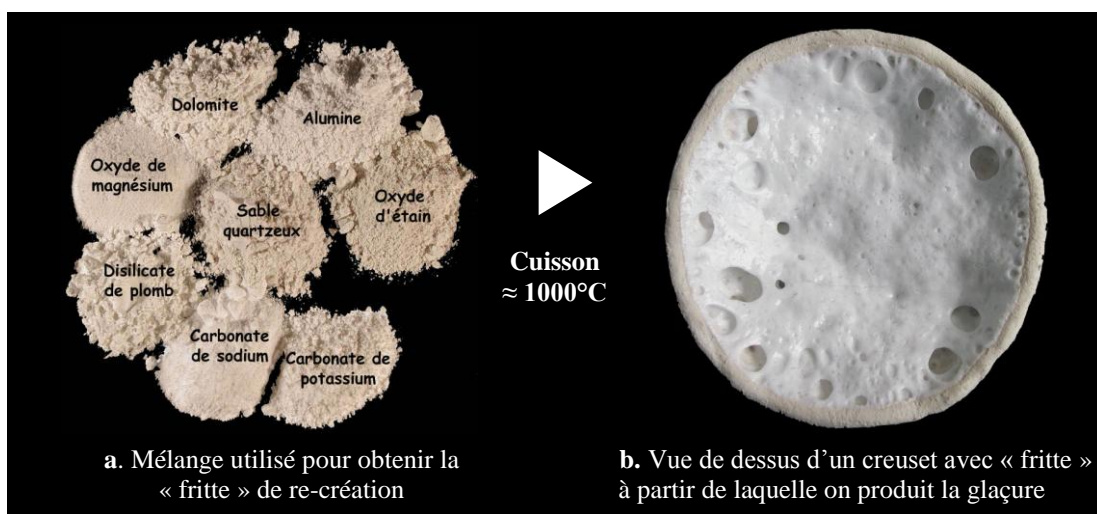


Figure n 26 : Mélange préparé au laboratoire pour re-créer une glaçure identique à celle de Kairouan et la fritte qui en résulte. Le mélange déposé dans un creuset de terre cuite est composé d'un formateur (sable), de fondants (plomb, sodium, potassium), de stabilisants (alumine, dolomite, magnésium) et d'un opacifiant (oxyde d'étain). Après cuisson oxydante à 1000°C, on obtient un verre opaque blanc (ph : C.Ollagnier).

3.2.IV. Frittage chez un verrier

L'opportunité d'éviter la longue préparation de la fritte, nous a été offerte par **Allain Guillot**, maître verrier, qui nous a proposé de **fritter** 20 kg de mélange glaçurant dans son atelier à Boisse (Dordogne, France). Les poudres ont été **homogénéisées** dans une bétonnière puis introduites peu à peu dans un bassin (creuset) du four du verrier.

a/ *Un verre peu affiné* : Le mélange a nécessité 8 heures pour fondre, à une température de **1250°C** (fig 27a). Cette augmentation de température est due à la faible teneur du mélange en fondants (sodium, potassium, plomb) combinée à une teneur élevée en stabilisants (magnésium, aluminium, dolomite), qui rend le verre **pâteux** et non liquide. D'après A.Guillot, la présence de **bulles** et **cristaux** non fondus constatée dans tous les prélèvements est signe d'un **verre peu affiné**. Bien que surprenant, il peut s'agir d'un **choix volontaire**, car le mélange contenant trop peu d'étain pour l'opacifier, il a **besoin** de la présence des **bulles** et des **cristaux** non fondus. L'utilisation d'une **terre cuite blanche** contribue à **renforcer** cette impression de blancheur.

b/ *Le cueillage du verre* : Une **paraison*** de verre est cueillie par l'artisan (fig 27b) qui fera **couler** la masse de verre en fusion dans une bassine en métal émaillée pleine d'**eau froide**. Le **choc thermique** fige le **verre** qui se contracte brusquement (bruit de verre brisé) et se **fend** ou **explose** en de multiples fragments. Après refroidissement, le mélange est concassé (le verre est extrêmement fragile et coupant), **broyé, tamisé** à 100 µm puis **conservé** pour utilisation.



Figure n 27 : Boisse (Dordogne) a. Four à gaz du verrier d'Allain Guillot durant la fusion du mélange glaçurant en vue de produire la fritte de re-création (ph : C.Ollagnier).

b. Une fois le mélange fondu, celui-ci est retiré du four et coulé dans une bassine d'eau froide. L'écart thermique crée de fortes tensions dans le verre qui se solidifie instantanément (ph : C.Ollagnier).

Type de four	Four à bois	Four électrique programmable
Quantité produites (en Kg)	≈ 1.5 kg	≈ 0.2 kg
Atmosphère	Oxydante si contrôle permanent	Oxydante sans contrôle nécessaire
Surveillance/présence humaine	Obligatoire et permanente, 1 à 2 personnes pendant 4h minimum	Non nécessaire
Contenant	Creusets en terre cuite nécessitant fabrication et cuisson préalables	Creusets en terre cuite nécessitant fabrication et cuisson préalables
Pollution(s) possible(s)	Cendres	Aucune à priori
Durée de préparation (creusets + fritte)	6 jours	5 jours
Durée du concassage, triage puis broyage	Variable, minimum 1 journée pour 2 personnes	Variable, minimum 3 h pour une personne

Tableau n 7 : Caractéristiques de la production de fritte réalisée en four à bois ou électrique.

3.3. Application et cuisson de la fritte sur le carreau de terre cuite

3.3.I. Application de la fritte sur le carreau

a/ *Mise en suspension* : La **fritte** est broyée et hydratée avec de l'eau jusqu'à l'obtention d'un « lait ». Le mélange est agité manuellement pour maintenir les particules en suspension durant toute la phase d'application. Les céramistes contemporains n'ont plus ce problème car ils rajoutent à leur mélanges des suspensifs (argiles, produits industriels, colles, etc.).

b/ *Traitement du carreau de terre cuite* : Les carreaux à glaçurer sont **dépoussiérés** et **dégraissés** pour améliorer le dépôt et l'**adhérence** du mélange liquide. En fonction du type de carreaux à glaçurer (crus, cuits), le support céramique sera plus ou moins humidifié avant application du mélange glaçurant (quelques secondes à plusieurs minutes pour les carreaux secs). Celui-ci peut être déposé par trempage (fig 28a), projection, etc.

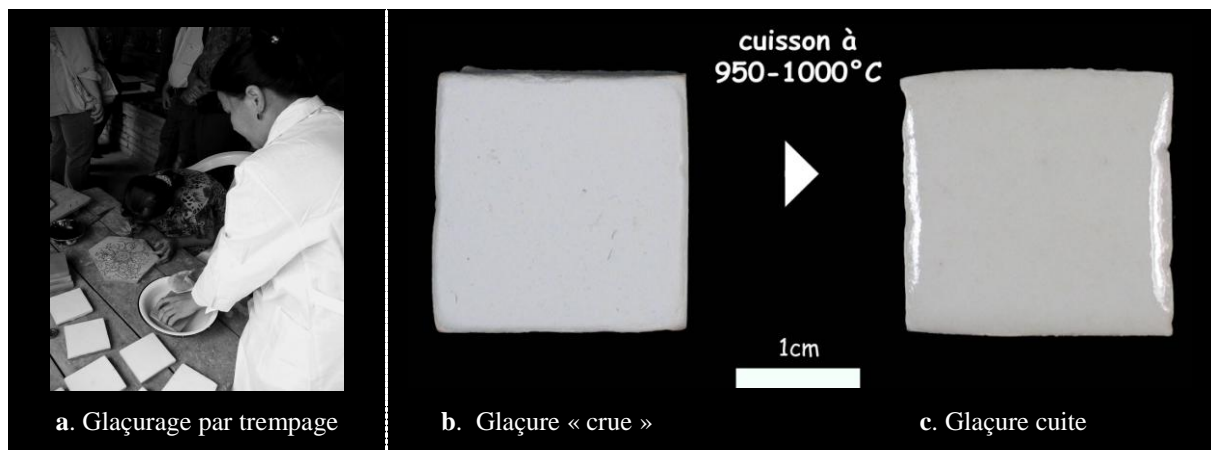


Figure n 28 : a. glaçurage de carreaux de terre cuite par trempage dans la fritte en suspension (atelier Fayziev, Shahrizabz, Ouzbékistan).

b. La glaçure crue sèche forme une couche blanche mate très fragile mais qui peut être retouchée.

c. Après cuisson on obtient la glaçure, blanche et brillante non tressaillée (ph : C.Ollagnier).

3.3.II. Séchage et cuisson de la fritte

a/ *Séchage* : Une fois glaçurée, la pièce est mise à **sécher** à l'abri de la poussière qui pourrait se déposer sur la glaçure crue et la souiller. Celui-ci forme une couche régulière qui perdra peu à peu son humidité, ce qui augmentera sa **matité** et sa **fragilité** (fig 28b). Les pièces peuvent être **retouchées** en cours de séchage pour retirer un excès, corriger une surface, la sgraffiter, etc. Les pièces doivent être manipulées avec **précaution** durant l'enfournement pour ne pas créer de manques (doigts posés un peu trop près des bords) ou de fractures de la couche.

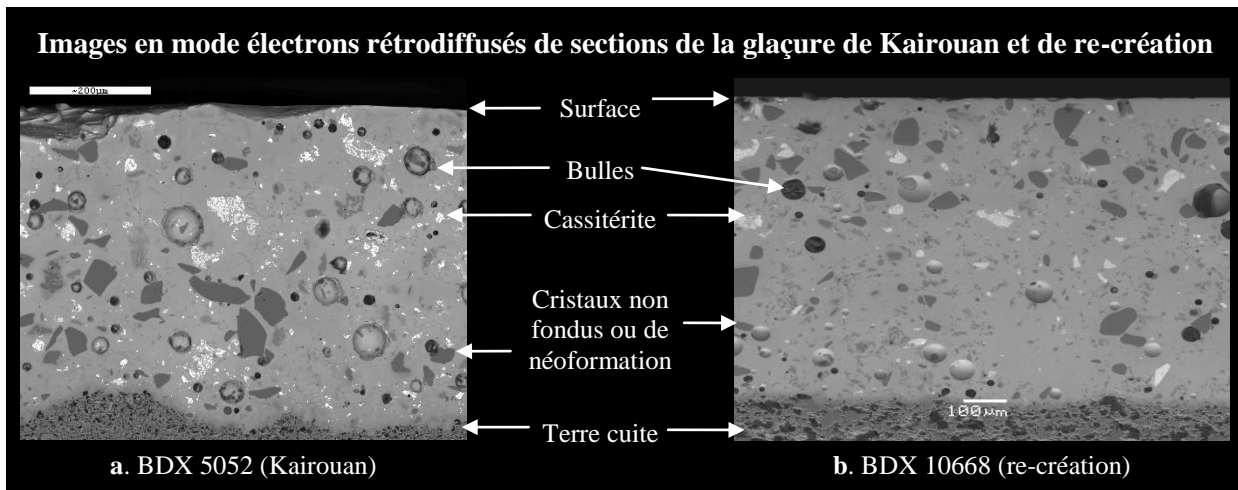
b/ *Cuisson* : Comme pour la terre cuite, les pièces sont cuites à 1000°C en **atmosphère oxydante** en four électrique pour les petites pièces (de 2x2x1 à 10x10x1 cm) et au four à bois pour celles de plus grandes dimensions (15x15x1 et 21x21x1 cm). Nous avons pratiqué le même protocole que pour la terre, à savoir une montée et un refroidissement assez lent pour éviter tout risque de tressaillure (glaçure). Au final on obtient une **glaçure opaque blanche**, lisse et **brillante** (fig 28c), dont la composition se rapproche de celle employée pour les carreaux de Kairouan.

3.4. Caractérisation physique de la fritte obtenue

3.4.I. Étude de la texture de la glaçure de re-création

L'étude de la **texture** (fig 24a) montre que la glaçure de Kairouan ne présente pas de **cathodoluminescence** propre, mais elle est ponctuée de **cristaux luminescents** mauves, bleus, rose-rouges et jaunes. La microscopie électronique à balayage indique qu'il s'agit de quartz, feldspaths sodo-potassiques, cassitérite et d'autres feldspaths complexes. Ceci atteste l'existence au sein du verre, de cristaux non fondus et/ou de néoformation (fig 29a) (Bobin, 2001 ; Raffaillac Desfosse, 1994 ; Schvoerer *et al*, 1994).

La glaçure de **re-création** présente une **luminescence globale bleue** sans cristaux luminescent (fig 24b). Cette couleur pourrait être attribuée à la **cassitérite** (SnO_2) utilisée pour opacifier la glaçure (El Marraki, 1998). Cette luminescence relativement intense cache probablement celle des nombreux cristaux, que l'on observe nettement en microscopie électronique à balayage. Tout comme dans la glaçure de Kairouan, les **cristaux** répartis de manière **hétérogène** mesurent de 10 à 100 microns et se mêlent à de nombreuses **bulles**. Ils ont été identifiés comme des **quartz** non fondus, de la **cassitérite** (SnO_2) et des **feldspaths** (silicium, calcium, magnésium) (fig 29b) non fondus ou de néoformation.



Figures n 29 : Images en électrons rétrodiffusés de sections de la glaçure de re-création de l'échantillon BDX 10668 et du carreau de Kairouan BDX 5052. Très bon accord entre le modèle (a) et la re-création (b).

3.4.II. Composition élémentaire de la glaçure de re-création

Les analyses effectuées sur les frites et glaçures de re-création (fluorescence de rayons X, microscopie électronique à balayage, etc.), ont permis d'**optimiser** le **mélange glaçant**. Au final on a obtenu une glaçure proche de la **composition** souhaitée au départ, à savoir celle de **Kairouan**, aux **impuretés** près (tableau 8, fig 30). C'est ce mélange qui a été utilisé en routine pour les re-créations.

Les céramistes cherchent habituellement à **adapter** la **glaçure** à l'**argile** utilisée, mais dans le cas présent ne fut pas possible car nous voulions conserver la glaçure obtenue. Nous avons précédé de manière inverse, en choisissant l'**argile** en **fonction** de notre **glaçure**. C'est pour cela que nous avons opté pour l'argile FT 244 B, dont le **coefficient** de **dilatation** et la couleur correspondent avec la glaçure de re-création (peu ou pas de tressaillures).

Composition moyennée des glaçures de Kairouan et de re-crétion			
a. Glaçure de Kairouan		b. Glaçure de re-crétion	
Oxydes	% p. oxydes	Oxydes	% p. oxydes
Na ₂ O	6.68 ± 0.58	Na ₂ O	6.99 ± 0.6
MgO	3.42 ± 0.4	MgO	3.27 ± 0.83
Al ₂ O ₃	1.86 ± 0.66	Al ₂ O ₃	1.12 ± 0.21
SiO ₂	66.5 ± 1.26	SiO ₂	69.68 ± 2.22
P ₂ O ₅	1.1 ± 0.29	P ₂ O ₅	nd
Cl	0.67 ± 0.06	Cl	nd
K ₂ O	3.07 ± 0.23	K ₂ O	3.69 ± 0.27
CaO	5.06 ± 0.56	CaO	4.72 ± 1.03
MnO ₂	0.46 ± 0.06	MnO ₂	nd
Fe ₂ O ₃	0.94 ± 0.2	Fe ₂ O ₃	nd
SnO ₂	2.05 ± 0.83	SnO ₂	1.51 ± 0.26
PbO	7.87 ± 0.97	PbO	8.8 ± 0.76

Tableau n 8 : Les deux glaçures sont de composition élémentaire très proche, aux impuretés près.

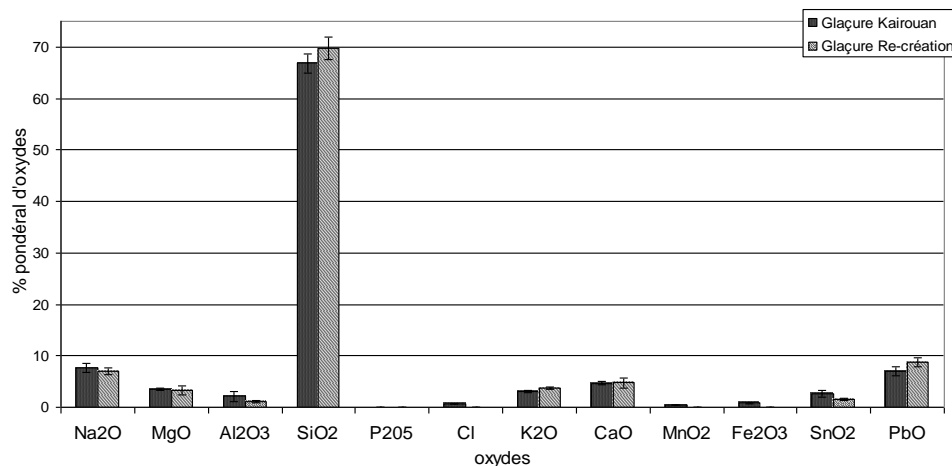


Figure n 30 : Autre représentation de la composition élémentaire des glaçures de Kairouan et de re-crétion.

3.4.III. Analyse thermique différentielle et thermogravimétrie de la fritte

Nous avons cherché à connaître le comportement de la glaçure par **analyse thermique différentielle*** et **thermogravimétrie***. L'analyse a été réalisée sur la fritte (fig 31) selon le même protocole qu'une cuisson de glaçure, (montée lente jusqu'à 1000°C).

a/ *Analyse thermogravimétrie* : On observe une perte de poids de 4.5 % autour de 300°C, puis une reprise progressive, ce qui amène la **perte** totale à **2.2 %** de la **masse** de départ. Cette variation est probablement due à des dégazages, perte d'eau, ainsi que des formations ou changements de phases cristallines (quartz α en β autour de 573°C, etc.).

b/ *Analyse thermique* : On détecte des pics à 231.4°C et à 694°C. Le premier (231.4°C) correspondrait à une **perte en masse**, tandis que le second (694°C) signalerait la **température de ramollissement** de la fritte. Dans le cas du décor de lustre métallique, on suppose que seule une fine « pellicule » de glaçure de quelques micromètres est ramollie à 500°C pour

laisser pénétrer les ions métalliques, contrairement au cœur de la masse qui a besoin de presque 200°C supplémentaires. Aucun pic n'apparaissant autour de 500°C, on peut penser que ce ramollissement superficiel se situe sous le seuil de détection de l'appareillage. Le pic à 694°C, bien inférieur à la température de cuisson des décors de lustre métallique, explique l'absence de déformation des glaçures malgré la cuisson supplémentaire.

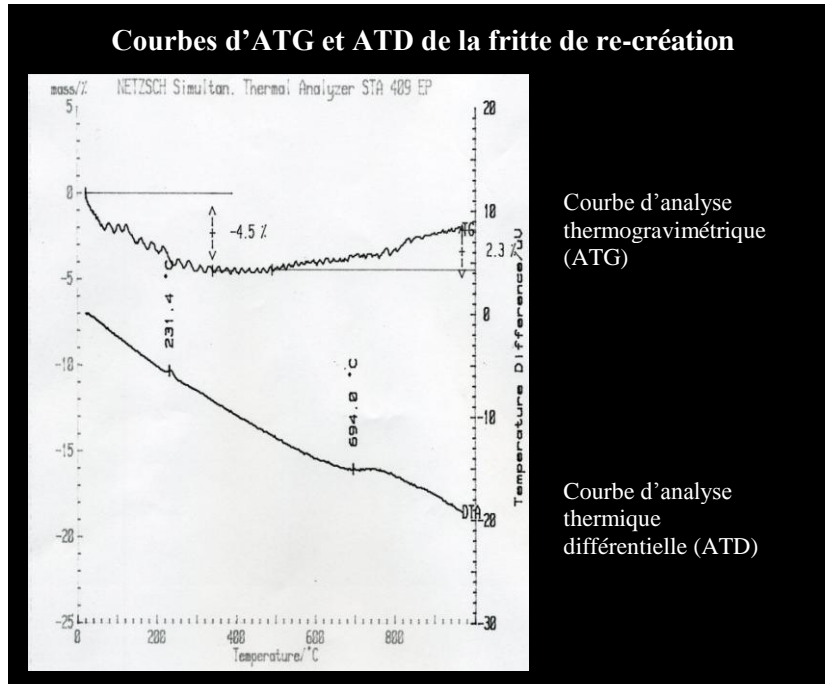


Figure n 31 : Courbes d'ATG (analyse thermogravimétrique) et ATD (analyse thermique différentielle) de la fritte de re-création réalisée et employée au CRP2A. On constate une perte de masse très nette, qui peut entraîner des retraits de glaçure en fusion sur le carreau de terre cuite, s'il n'a pas été parfaitement dégraissé et dépoussiéré avant le glaçurage.

3.4.IV. Coefficient de dilatation de la glaçure de re-création

a/ *Coefficient de dilatation des glaçures* : Le **coefficient de dilatation*** de la glaçure détermine la compression du verre et donc la résistance de l'ensemble céramique/verre. Il doit toujours être **inférieur de 10 à 15 points** à celui de la **terre cuite** pour empêcher la formation de tressaillures (Rhodes, 2006 ; Smart Conseils, 2009). Le coefficient de dilatation de la **glaçure de re-création**, obtenu par calcul est de $73.16 \times 10^{-7} \text{°C}^{-1}$, tandis que celui de la glaçure de **Kairouan** est de $76.25 \times 10^{-7} \text{°C}^{-1}$.

Ces glaçures ont des **coefficients** de dilatation **différents** des glaçures **contemporaines**. Par exemple, les glaçures opaques blanches plombifères de la société Ceradel ont un coefficient de dilatation de 63 à 67 $\times 10^{-7} \text{°C}^{-1}$ et dans un cas à 85 $\times 10^{-7} \text{°C}^{-1}$. Aucune d'entre elle ne se trouve donc dans les 70 $\times 10^{-7} \text{°C}^{-1}$, comme c'est notre cas.

b/ *Accord avec le coefficient de dilatation de la terre cuite* : Pour éviter les tressaillures avec la glaçure de re-création, la **terre cuite** employée doit avoir un coefficient estimé entre **83 et 88** $\times 10^{-7} \text{°C}^{-1}$ tandis que celui de la terre de Kairouan est évalué entre **86 et 91** $\times 10^{-7} \text{°C}^{-1}$. Le coefficient de dilatation de la **terre cuite** FT 244B donné par le fabricant étant de **86** $\times 10^{-7} \text{°C}^{-1}$, il explique le bon accord avec la glaçure re-créée.

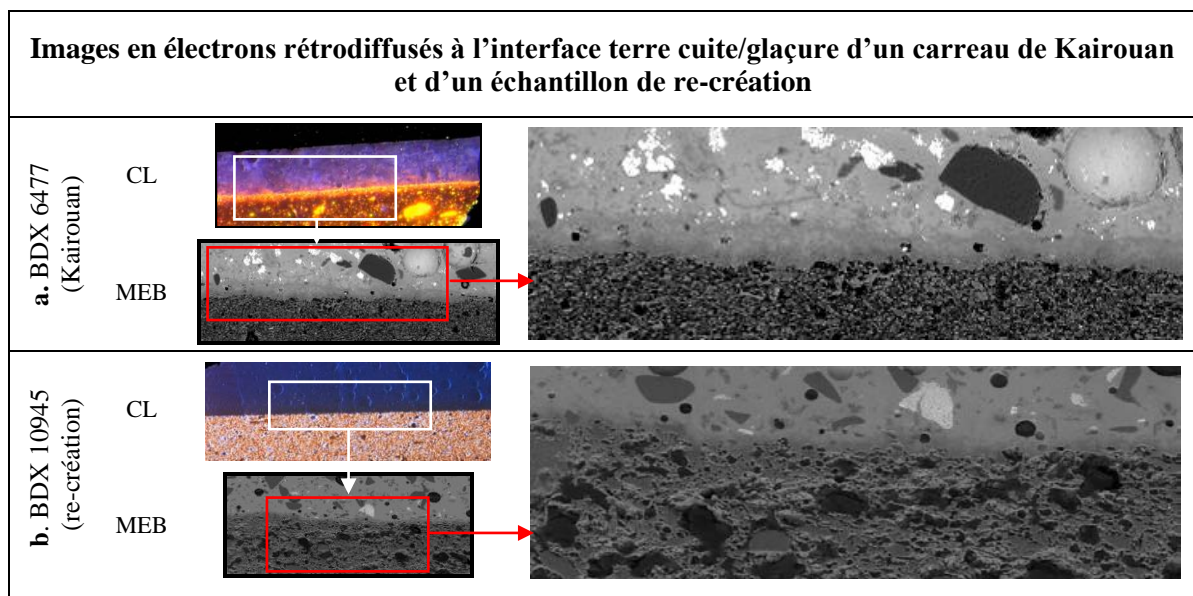
3.4.V. Densité des glaçures

La **densité** est un autre paramètre qui permet de comparer des glaçures. En effet deux glaçures peuvent être composées des mêmes oxydes, mais être réalisées avec des matériaux différents, entraînant des variations de texture et donc de densité pour une même composition chimique de base. Le calcul du coefficient de densité des glaçures ne s'applique qu'aux parties parfaitement **vitrifiées**, ne prenant pas en compte les cristaux de néogénèse et les infondus (Rhodes, 2006 ; Smart Conseils, 2009).

Les résultats obtenus par calcul (Rhodes, 2006 ; Smart Conseils, 2009) montrent que la glaçure de **re-création** a une densité (2.625 gm/cm^3) **proche** de celle de Kairouan (2.644 gm/cm^3), ce qui laisse penser que leur comportement durant la montée en température est très proche. Il s'agit d'une densité estimée uniquement pour la partie vitreuse, mais il ne faut pas négliger la présence des cristaux, qui est l'une des caractéristiques de ces glaçures partiellement affinées.

3.4.VI. L'interface terre-cuite / glaçure

La zone d'**interface terre cuite/glaçure** détermine l'**adhérence** entre les deux matériaux. Dans le cas où la glaçure a été posée sur le support céramique **cru** (argile ou fritte), de nombreuses interactions se produisent lors de la cuisson, ce qui génère la formation de **cristaux de dévitrification**. C'est le cas des carreaux de Kairouan qui présentent une interface lumineuse jaune, laquelle est composée de microcristaux d'environ $20 \mu\text{m}$, principalement constitués de calcium et de magnésium (Bobin, 2001) (fig 32a). A contrario, on n'observe **aucun** cristal à l'interface des carreaux de **re-création** car la glaçure a été posée sur **terre cuite** (fig 32b).



CL : cathodoluminescence ; MEB : Images en microscopie électronique à balayage en mode électrons rétrodiffusés.

Figure n 32 : a. Ce carreau présente une interface composée de cristaux qui partent de la terre cuite et se développent dans la glaçure. Ceci indique que le mélange glaçurant a été posé sur une terre crue.

b. Il n'existe pas d'interface nette entre les deux matériaux car le mélange glaçurant a été posé sur une terre déjà cuite.

En résumé

La glaçure re-crée au laboratoire est de composition identique et de texture proche à celle de Kairouan aux impuretés près. Des différences minimales existent cependant, ce qui est inévitable dans la mesure où on ignore tout du procédé mésopotamien de fabrication.

4. Bilan de la re-création du support

Bien que privés des matières premières utilisées par les céramistes anciens pour la réalisation du support céramique de terre cuite et de la glaçure opaque blanche de Kairouan, nous avons réussi à nous en approcher de manière satisfaisante. Ce travail a permis de mettre en avant plusieurs points, qui ne transparaisaient pas (ou peu) dans les caractérisations physiques des objets anciens.

Le support céramique : L'utilisation d'un **support céramique jaune pâle**, peut être liée aux sources d'argiles ou à un choix technique, la teinte claire de la terre cuite permettant d'augmenter l'impression de **blancheur** de la **glaçure** très pauvre en opacifiant.

Si un support fortement coloré avait été employé (terre cuite rouge par exemple), la **perception** que l'on aurait eu du **décor** en réflexion diffuse aurait été autre qu'avec une terre blanche, bien que la teinte mesurée (du décor) aurait été la même dans les deux cas. Le choix est ainsi lié à la perception que l'œil humain a du décor, et non au décor lui-même.

La glaçure : La **glaçure** employée est un verre peu **affiné**, ce qui peut surprendre puisque la technique du décor de lustre métallique, est considéré comme une production de luxe et donc de qualité. Comme pour le support céramique, plusieurs possibilités existent. La première est un manque de savoir-faire de l'atelier céramique, ce qui semble peu probable. La seconde, est à nouveau liée à un choix technique.

En effet, utiliser un verre encore pâteux à 1000°C (température maximum atteignable à l'époque) permet de conserver dans la matrice vitreuse des inclusions non fondues et des bulles de dégazage, qui renforcent visuellement l'action opacifiante de l'étain. Si les céramistes avaient voulu obtenir un verre plus « liquide », ils auraient augmenté la teneur en fondants, entraînant la fusion des inclusions, la disparition de la majorité des bulles de gaz et une faible impression d'opacité de la glaçure, la teneur en cassitérite n'étant pas suffisante pour l'opacifier complètement.

La faible teneur en étain de la glaçure pourrait être liée à l'approvisionnement en métal, ou au fait que l'opacification des glaçures à l'étain (cherchant à imiter les porcelaines chinoises blanches) était une technique encore très récente au moment de la création des carreaux en Mésopotamie.

Une parfaite adéquation terre cuite/glaçure : Le support céramique et la glaçure ont été parfaitement adaptés l'un à l'autre. La manifestation la plus visible de cet accord est l'absence de tressaillures et de fractures dans la glaçure, ce qui limite les possibilités d'altération par attaque de sels solubles. La pratique de la mono-cuisson, bien que difficile à maîtriser (et au final assez peu pratiquée), renforce l'adhérence entre la terre cuite et la glaçure, qui forment alors une seule entité.

Le ou les céramistes qui ont réalisé les supports des décors de lustre métallique de Kairouan avaient une maîtrise parfaite des matériaux et de leur traitement thermique, au point que les carreaux nous sont parvenus dans un excellent état de conservation. Ils sont ainsi les supports parfaits pour un décor de lustre métallique... et un modèle pour sa re-création.

LUSTRE MÉTALLIQUE : CONSERVATION D'UN SAVOIR FAIRE

Chapitre 2

I. Caractérisation physique du décor de lustre métallique de Kashan (Perse, XIII-XIV^{ème} s. ap. J.C.)

II. Caractérisation physique du décor de lustre métallique de tessons mis au jour à Jâm (Afghanistan, XIII-XIV^{ème} s. ap. J.C.)

III. Lustre métallique : un nouveau modèle théorique

IV. Composition, préparation et application du mélange lustrant

V. Production de carreaux à décors de lustre métallique

VI. Essais de re-création de décors de lustre métallique d'après le modèle de Kairouan

Note : les termes suivis d'un astérisque (*) sont définis dans le glossaire.

I. Caractérisation physique du décor de lustre métallique de Kashan (Perse, XIII-XIV^{ème} s. ap. J.C.)

Résumé

Les céramiques glaçurées à décor de lustre métallique présentées dans cette étude, proviennent de Kashan en Perse (Iran actuel) et sont datées entre les XIII et XIV^{ème} s ap J.C. Elles peuvent être réparties en deux catégories : usage (vaisselle) et parement (murs et mihrabs). Ces décors de lustre métallique sont contemporains du traité d'Abu'l Qasem Al Kashani, dont la famille de potiers était originaire de Kashan, réputée pour ses productions de décors de lustre métallique. Sur les supports céramiques frittés était posée une glaçure alcalino-plombifère qui pouvait être transparente (incolore, bleue) ou opaque (blanche, bleue). Le décor jaune-orangé en réflexion diffuse, présente des reflets orangés pour les vaisselles et orangés, bleus ou verts pour les parements. Composé d'argent et de cuivre avec une majorité de cuivre, ce décor est en contradiction avec le traité d'Abu'l Qasem, dont les recettes sont à majorité d'argent. Les carreaux pouvaient être rehaussés de tâches turquoises ou bleues mettant la forme de l'objet ou/et son motif principal en valeur.

Mots-clés : Abu'l Qasem Al Kashani ; Argent ; Cuivre ; Décor de lustre métallique ; Fritte ; Glaçure alcalino-plombifère ; Kashan ; Perse.

Avant-propos

*La Perse des XIII-XIV^{ème} s ap J.C. fut une région d'intense production et d'utilisation de céramiques glaçurées à décor de lustre métallique. La production correspondante connue sous le nom de **céramique de Kashan** (du nom de la ville éponyme), est évoquée dans le traité persan d'Abu'l Qasem al Kashani (1301 ap J.C.), qui était lui-même issu d'une famille de céramistes de Kashan (« Kashani »). Caractériser cette production a pour but d'augmenter la **base de données analytiques** de la « **Route du Lustre** » et de relire le traité persan d'Abu'l Qasem à la lumière des connaissances physiques actuelles. Les résultats correspondants obtenus permettront de faire un pas de plus vers la compréhension du décor et donc vers sa re-création.*

1. Problématique

Est-il possible de relire le traité persan d'Abu'l Qasem al Kashani, à la lumière des connaissances physiques actuelles ? Pour y répondre on va analyser des échantillons contemporains du texte, provenant de Kashan (Perse) et comparer.

2. État des connaissances

2.1. La production de décor de lustre métallique en Perse

La production de céramique glaçurée à décor de lustre métallique Persane aurait débuté selon les auteurs entre la **fin du XI^{ème} s.** ap J.C. et la **seconde moitié du XII^{ème} s.** ap

J.C. (Watson, 1986, Mason, 1994). Elle imitait à cette époque les céramiques glaçurées à décor de lustre métallique, issues de la Mésopotamie voisine.

A la fin du XII^{ème} s ap J.C. un nouveau style arriva, apporté par les potiers **égyptiens** fuyant l'empire Fatimide* qui s'effondrait. Celui-ci s'ajouta aux influences locales pour donner naissance à une production **propre**, dite de **Kashan**, du nom de la ville de production éponyme située entre Téhéran et Ispahan, dans l'actuelle République Islamique d'Iran (fig 33).

Avant l'invasion mongole du XIII^{ème} s ap J.C., la production de **céramique d'usage** (vaisselle) dominait. Par la suite, sous les souverains Ilkhanides* d'origine mongole, elle fut supplantée par une production de **carreaux de parement** et d'éléments de **mihrabs**, liés à de grands programmes de construction (palais du Takht-i Sulaiman, mosquées, etc.) (Pope, 1931 ; Ettinghausen, 1968 ; Watson, 1986 ; Mason, 2004).

Bien que de nombreuses sources historiques et objets signés de maîtres de Kashan existent, il n'a été mis au jour aucune trace d'atelier de production de décor de lustre métallique.

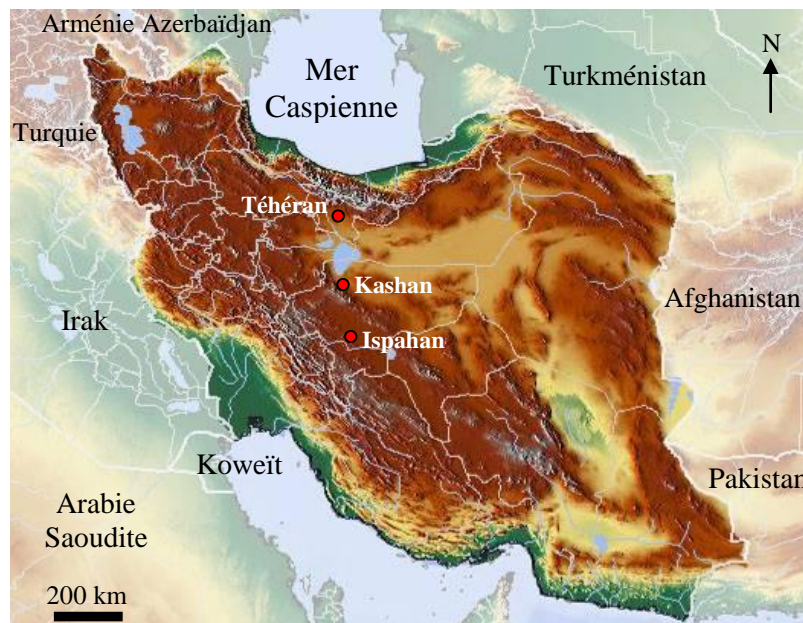


Figure n 33 : L'Iran (ancienne Perse) et les pays voisins (Arménie, Azerbaïdjan, Turkménistan, Afghanistan, Pakistan, Arabie Saoudite, Koweït, Irak, Turquie). La ville de Kashan est située à environ 200 km au Sud de Téhéran (fond de carte : Braxmeir, 2010).

2.2. Le traité d'Abu'l Qasem al Kashani

Le traité d'**Abu'l Qasem al Kashani**, rédigé en **1301 ap J.C.** (Allan, 1973 ; Rouhfar, 2004) et conservé à la Bibliothèque Sainte Sophie d'Istanbul, traite de la production de céramique glaçurée de Kashan, qui était réputée bien au-delà de la Perse grâce aux pistes des caravanes (Watson, 1985 ; Ettinghausen, 1968).

Il décrit les composés et techniques employés pour réaliser les **supports céramiques**, les **glaçures** et les **décor**, de plusieurs types de céramiques glaçurées : monochromes, polychromes, ainsi qu'à décor de lustre métallique.

Étant donné qu'Abu'l Qasem était issu d'une famille de céramistes de Kashan (« al Kashani ») réalisant des décors de lustre métallique, on peut supposer qu'il décrit la manière de travailler (recettes, traitement thermique) propre à l'atelier familial.

2.3. Caractéristiques physiques de cette production

D'après les études précédemment réalisées sur des fragments de céramique d'usage (Mason, 2004 ; Chabanne, 2005), les caractéristiques physiques de cette production sont les suivantes :

- *Support céramique* : utilisation systématique d'un mélange de fritte avec une argile (Mason, 1994 ; Chabanne, 2005).
- *Glaçures* : alcalino-plombifères opacifiées à l'étain et parfois colorées en bleu à l'aide de cobalt (Mason, 1994 ; Borgia *et al*, 2004 ; Chabanne, 2005).
- *Décor bleu* : rehauts de couleur bleue et/ou turquoise.
- *Décor de lustre métallique* : décors jaunes clairs en réflexion diffuse élaborés avec plus de cuivre que d'argent ([Cu^o] : de 50 à 80 %). Ces décors bruns en réflexion diffuse ont des reflets métalliques principalement dans le quart jaune/rouge.
- *Style* : minaiï* qui imite les arts de la miniature.
- *Motifs* : géométriques, végétaux, zoomorphes, calligraphie.

3. Objectif

Il s'agit de déterminer les caractéristiques physiques de dix fragments de céramique de Kashan, afin d'établir une carte d'identité de cette production et/ou de mettre en évidence des différences entre les productions d'usage et de parement, le cas échéant.

Un parallèle sera effectué avec les données extraites du traité d'Abu'l Qasem al Kashani.

4. Méthodologie

Afin d'appréhender cette production dont on ignore a priori si elle est homogène, il importe de considérer séparément les substrats céramiques / glaçures / décors. Pour chaque partie, la complémentarité des méthodes est nécessaire.

Pour le substrat céramique, une étude de la texture (organisation des constituants) a été réalisée par des observations en lumière naturelle et cathodoluminescence, combinées à une étude des compositions élémentaire et cristallographique (diffraction de rayons X sur poudre et fluorescence de rayons X en dispersion d'énergie avec un détecteur couplé à la microscopie électronique à balayage).

La méthodologie mise en œuvre pour l'examen des glaçures est élargie par une mesure objective des couleurs (spectroradiométrie). La composition élémentaire emploie les mêmes méthodes que précédemment.

Quant au décor, sa couleur sera analysée par spectroradiométrie et/ou spectrométrie d'absorption optique. La nature des constituants sera donnée par fluorescence de rayons X en dispersion d'énergie.

5. Matériel d'étude

*Dix fragments de céramique glaçurée à décor de lustre métallique attribués à la production de Kashan et datés entre les XII-XIV^{ème} s ap J.C., nous ont été confiés par M^{me} Zohreh Rouhfar, Directrice de la Section des Arts Islamiques du Musée national de Téhéran (Iran), qui a effectué plusieurs séjours dans notre laboratoire à Bordeaux. Quatre sont considérés comme des fragments de **céramique d'usage** (vaisselle) et les six autres comme du **parement mural** (parement de murs, fragments de mihrabs).*

5.1. Approche stylistique

5.1.1. Typo-chronologie d'après Mason

Ces objets sont classés différemment selon les auteurs, ce qui complique l'établissement d'une typo-chronologie (Watson, 1985 ; Mason, 2004). Une approche provisoire a été établie en nous basant sur le travail de R. **Mason** (Mason, 2004), qui a recensé les principales formes et motifs qu'il a corrélés à des objets datés et/ou signés. Il faut toutefois garder à l'esprit qu'il n'a étudié que des céramiques d'usage et que la dizaine d'échantillons présentés ici est à l'état fragmentaire, ce qui fragilise le raisonnement. Ces échantillons peuvent ainsi être répartis en deux groupes principaux :

Premier groupe : Il est constitué des échantillons BDX 8980, 8981, 8982, 8983, 8987 et 8988 (fig 34). Ce groupe qui appartiendrait à la fin du XII^{ème} jusqu'à la moitié du XIII^{ème} s ap J.C. est caractérisé notamment par la présence de spirales/ocelles que l'on retrouve souvent dans le fond (motif KL. 19 de Mason, tableau 9).

Deuxième groupe : Il est constitué des échantillons BDX 8984, 8985 et 8986 (fig 34). Plus tardif que le groupe 1, il se situe dans la seconde moitié du XIII^{ème} et la première moitié du XIV^{ème} s ap J.C. Le point commun de ce groupe n'est plus un fond parsemé d'ocelles mais de lignes ondulées formant des serpentins (motif KL.32. de Mason, tableau 9).

Le fragment de col (BDX 8979) ne peut être classé selon la typologie de Mason, car cet objet est très fragmentaire. Il ne présente aucun motif caractéristique de Kashan.

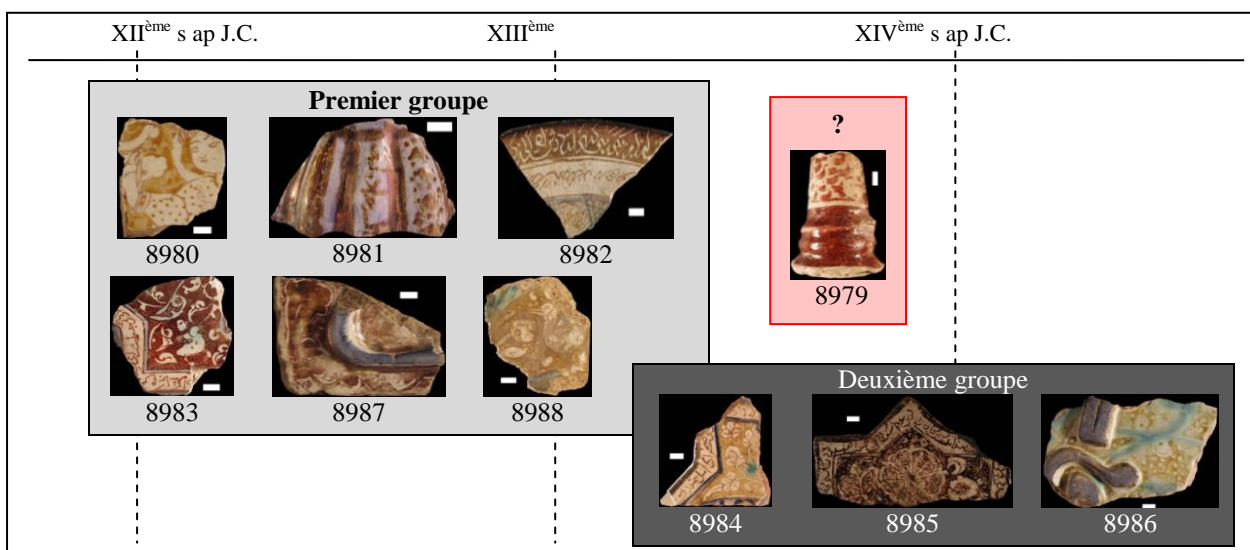


Figure n 34 : Kashan (Perse), Répartition typo-chronologique possible des dix échantillons de Kashan étudiés. Seul le fragment BDX 8979, trop fragmentaire, n'a pu être classé dans les groupes établis.

5.1.II. Formes et motifs des parements architecturaux

Formes : Les carreaux de parement généralement en forme d'**étoile**, étaient souvent utilisés en alternance avec des croix pour réaliser des panneaux (Watson, 1985). Les fragments de mihrabs sont **rectangulaires** avec des bords plus ou moins arrondis, car ils étaient alignés dans un ordre précis pour former une inscription continue. On observe une autre différence notable entre les deux types de parements, due à leur fonction. En effet, les carreaux de parement qui avaient une fonction principalement décorative sont **plats**, contrairement aux fragments de mihrabs dont la calligraphie en **relief** (rapportée ou non), devait pouvoir être lue à une certaine distance.

Motifs : les carreaux comme les fragments de mihrabs sont ornés de motifs variés, qu'ils soient géométriques, **calligraphiés** (BDX 8983 à 8987), **végétaux** (BDX 8983 à 8985 et 8988) ou **zoomorphes** (BDX 8983 et 8988). La plupart de ces motifs présents indifféremment sur les carreaux comme sur les fragments de mihrabs, se retrouvent dans la classification de Mason (Mason, 2004) : ocelles, serpentins, palmettes, fleurs, oiseaux, etc. (tableau 9).




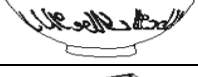
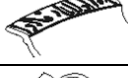








Motifs			Vaisselle				Architecture					
N°	Nom	Motif	8979	8980	8981	8982	8983	8984	8985	8986	8987	8988
1	Bordure à croissants					X						
2	Tige						X					
3	Palmette en S						X					
5	Calligraphie					X						
6	Bordures calligraphiées					X						
9	Feuilles en spirales								X			
19	Spirales ou ocelles			X		X	X				X	
20	Palmette pointue											
21	Oiseau					X	X					X
31	fleur à pétales								X			
32	Serpentins							X	X	X		
35	Œufs de poisson							X				
39	Motifs en pétales				X							

Tableau n 9 : Motifs dits de Kashan répertoriés par R.Mason (Mason, 2004) et observés sur les fragments étudiés. Le fragment BDX 8979 est le seul à ne présenter aucun de ces motifs.

5.2. Aspect de la céramique d'usage (vaisselle)

Les quatre fragments (BDX 8979 à 8982) sont considérés comme des pièces de céramique utilitaire à cause de la glaçure présente sur deux faces, ainsi que leur faible épaisseur.

5.2.I. Fragment BDX 8979 (fig 35)

C'est un fragment de **col** d'un récipient cylindrique (vase ou aiguière), forme courante dans les productions à décor de lustre métallique de Kashan (Mason, 2004). Sa forme est annulaire à la base et son épaisseur diminue progressivement. Une trace de pincement* à la base, indique qu'une anse devait y être soudée.

- Face externe : Elle est recouverte d'une glaçure **transparente incolore**, sur laquelle est posé un décor qui se divise en 2 zones : la zone inférieure recouverte de décor et la zone supérieure, comportant un semis de motifs en croissants ou virgules. **Brun-rougeâtre** en réflexion diffuse, il présente de faibles reflets métalliques **roses-orangés** en spéculaire.

- Face interne : on y voit des traces de glaçure **transparente bleue**.

5.2.II. Fragment BDX 8980 (fig 35)

Étant donné la planéité de l'objet, on suppose qu'il s'agit de la partie creuse d'un **plat**.

- Face externe : Elle est recouverte d'une glaçure **transparente bleue** présentant un réseau dense de fines tressaillures.

- Face interne : Elle est recouverte d'un décor représentant une figure humaine de sexe indéterminé, apparaissant en réserve la glaçure **opaque blanche**. Le personnage aurolé aux traits mongoloïdes (yeux bridés, visage rond), est réalisé en style minai*, proche de celui des miniatures de l'époque. Son bras droit recouvert par un vêtement à longues manches bouffantes, est levé vers un motif que l'on distingue partiellement (lyre ?). La main nue semble attraper ou soutenir le motif vers lequel la tête, sans doute coiffée d'un kaftan, est tournée. Ce décor **ocre jaune** en réflexion diffuse, présente en réflexion spéculaire des **reflets** métalliques **roses** pour les remplissages (fond) et **oranges** pour les bordures et les traits.

5.2.III. Fragment BDX 8981 (fig 35)

Ce fragment **côtelé** appartient à un récipient (vase ?) dont il serait une partie de la panse.

- Face externe : Elle est recouverte par une glaçure **opaque bleue** ornée d'un décor. Celui-ci s'organise en trois parties adaptées à la forme de l'objet : une ligne suivant la base légèrement incurvée, des lignes parallèles dans les creux et des motifs variés dans les parties bombées (géométriques, floraux ou pseudo-épigraphiques). Par endroits apparaissent des traces de griffures et de frottements, attribués à l'usure ou/et l'enfouissement. Le décor est **brun clair** en réflexion diffuse, **orangé** en réflexion spéculaire.

- Face interne : Cette face présente une glaçure **transparente incolore** qui laisse deviner la couleur claire du substrat. Elle est parcourue par un réseau de fines tressaillures.

5.2.IV. Fragment BDX 8982 (fig 35)

Ce fragment de **plat**, est couvert sur les deux faces par **une glaçure opaque blanche**.

- Face externe : Le marli* décoré d'un feston de demi-cercles, est séparé de la partie basse par un bandeau. Sous celui-ci, se développe en réserve, la partie supérieure de caractères coufiques*, interprétés au point 5.4. Le décor **brun sombre** en réflexion diffuse, présente des reflets métalliques associés très variés en réflexion spéculaire, avec des plages **jaunes, oranges** ou **rougeâtres**, mais aussi de petites plages de **bleu, vert** ou **rose**.

- Face externe : Cette face est décorée notamment par deux bandeaux de calligraphie, l'un en réserve, l'autre peint, dont nous donnons plus loin l'interprétation. La zone inférieure est occupée par des motifs d'ocelles ainsi que de bandes rehaussées de bleu. Son état de conservation semble relativement bon dans l'ensemble malgré la présence de piqures, picots, larges tressaillures et petites desquamations. Le décor **brun** en réflexion diffuse, présente des reflets métalliques variés notamment **bleus** et **orange-roses**.

Kashan (Perse), Fragments de céramique d'usage			
		Réflexion diffuse	Réflexion spéculaire
BDX 8979			Reffet jaune doré à orangé trop faible pour être photographié
BDX 8980			
BDX 8981			
BDX 8982			<div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div>Face Externe </div> <div>Face interne </div> </div>

Figure n 35 : Les décors bruns en réflexion diffuse ont des reflets métalliques principalement jaunes ou orangés. Ces décors sont parfois rehaussés de traits bleus ou turquoise. La couleur gris/argenté de l'échantillon 8980 en réflexion diffuse, n'est pas un reflet métallique coloré, mais la réflexion très intense de la glaçure blanche.

5.3. Aspect des fragments de parement

Les six échantillons (BDX 8983 à 8988) sont des fragments de carreaux, par leur forme, leur épaisseur centimétrique et surtout la présence de glaçure sur une seule face. Ces carreaux produits en grandes quantités, étaient utilisés pour décorer des édifices religieux (mosquées, medersas, tombeaux, etc.) ou civils (palais notamment).

5.3.I. Fragment BDX 8983 (fig 36)

Ce fragment de carreau à glaçure **opaque blanche**, est une partie d'étoile à 8 branches.

- Les motifs : La bordure du carreau est occupée par un bandeau de glaçure blanche sur lequel court une **calligraphie** réalisée en brun-rouge. Il est cerné par une fine bande **bleue** encadrée de deux traits brun-rougeâtre. Le centre du carreau est occupé par un remplissage brun-rougeâtre avec des motifs en réserve. Il s'agit de très fines **ocelles** esgrafiées* (épaisseur du trait : 0.5 à 1 mm) qui mettent en valeur un **volatile** (canard ?) aux ailes déployées et entouré de palmettes. Quelques uns de ces motifs sont rehaussés de **bleu** clair. De longues et profondes tressaillures parcourent l'objet, notamment dans la partie inférieure.

- Le décor de lustre métallique : Le décor **brun-rougeâtre** en réflexion diffuse, présente des **reflets** métalliques **bleus, pourpres** ou **verts** ainsi que de petites zones **violettes** ou **orangées**.

5.3.II. Fragment BDX 8984 (fig 36)

Ce fragment en forme d'étoile (6 branches ?) comporte une glaçure opaque blanche légèrement teintée de jaune.

- Les motifs : Le décor de ce fragment se compose sur le bord extérieur d'une calligraphie ocre jaune séparée du motif central par une bande **bleue** doublée d'ocre jaune. Son interprétation est réalisée dans le point 5.4. Au centre, sur un fond ocre jaune se détache un décor végétal (feuilles, tiges) ainsi qu'un semis de points. On constate aussi la présence d'une petite zone turquoise sur le motif central. De nombreuses tressaillures parcourent l'échantillon.

- Le décor de lustre métallique : Le décor **ocre jaune** plus ou moins saturé, a des **reflets** métalliques associés **bleu-vert** ou **bleu-violet** avec de petites zones d'**orange** ou de **vert**.

5.3.III. Fragment BDX 8985 (fig 36)

Ce fragment à une forme d'étoile à 8 branches, recouverte d'une **glaçure opaque blanche** légèrement teintée d'orange.

- Les motifs : Sur les bords du carreau, court un bandeau de glaçure blanche calligraphié en brun. Les lignes et certains mots sont désaxés, ce qui contraste avec les carreaux déjà observés. Ce manque de soin s'observe aussi dans le décor floral central (fleurs, tiges, feuilles). On constate que le décor a par endroits, diffusé dans la glaçure blanche, donnant une teinte légèrement rougeâtre/brune à la glaçure blanche support.

- Le décor de lustre métallique : Contrairement aux autres carreaux, celui-ci est monochrome, **brun foncé** en réflexion diffuse. Les reflets, de faible intensité sont **orangés** ou **verts**, la présence de nombreuses tressaillures, picots et griffures (usure ?) altère la couche de décor.

5.3.IV. Fragment BDX 8986 (fig 36)

Ce fragment, probablement de mihrab est couvert par une glaçure opaque **blanche** assez épaisse.

- Les motifs : Le décor réalisé en réserve se compose d'un motif végétal de tiges recourbées terminées par un bourgeon (germe de plante ? serpents ?) et de petites feuilles arrondies. Ces zones de décor de lustre métallique sont fractionnées par des traits turquoise qui s'entrecroisent, probablement pour mettre la forme de l'objet en valeur. Un décor de calligraphie bleue en fort relief (0.6 cm d'épaisseur) occupe une partie de l'espace. Ces calligraphies ont une surface opaque, qui laisse penser que la glaçure a pu être usée (frottement) ou altérée (chute, enfouissement).

- Le décor de lustre métallique : le décor **brun clair** en réflexion diffuse, présente des reflets jaune **doré** en réflexion spéculaire.

5.3.V. Fragment BDX 8987 (fig 36)

Ce fragment, sans doute de mihrab, qui devait être de forme rectangulaire est recouvert d'une glaçure **blanche** à peine visible à cause du décor qui la recouvre en grande partie.

- Les motifs : En réserve, sont réalisées des ocelles qui forment un fond continu, tandis qu'une fleur très stylisée remplit la partie supérieure du carreau. Il est difficile d'identifier les motifs de la partie inférieure, le décor ayant disparu (usure ? altération ?). Ce décor est rehaussé par une calligraphie bleue réalisée en fort relief (0.8 cm d'épaisseur), moulée ou façonnée avec un colombin rapporté.

- Le décor de lustre métallique : Le décor **brun** en réflexion diffuse, présente en réflexion spéculaire des reflets métalliques **dorés** ou **orangés**.

5.3.VI. Fragment BDX 8988 (fig 36)

Il pourrait s'agir d'un élément de mihrab moulé en léger relief (0.3 cm d'épaisseur environ) et recouvert d'une glaçure support opaque blanche.

- Les motifs : Des motifs de volatile (canard ? échassier ?) et de végétaux (fleurs, feuilles) apparaissent en réserve dans le décor. Ils sont rehaussés par des zones **bleues** et **turquoises**.

- Le décor de lustre métallique : le décor ocre jaune en réflexion diffuse ne présente pas (ou plus) de reflets métalliques colorés. Cette absence de reflets, la présence de nombreux picots et tressailures dans la glaçure, ainsi que le manque de finesse du décor, pourraient laisser penser au travail d'un apprenti ou d'un atelier secondaire.

Voir illustrations page suivante


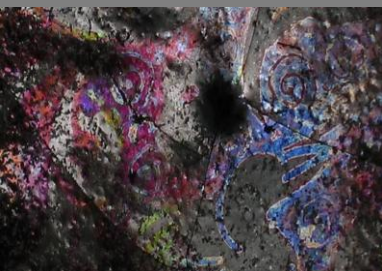
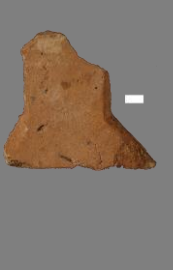


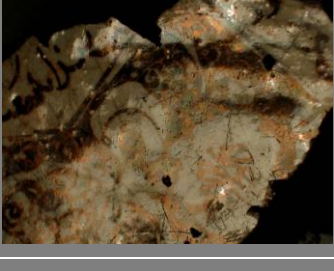



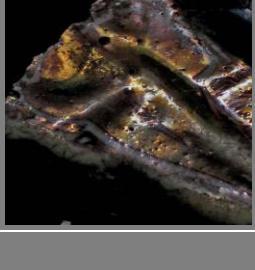

Kashan (Perse), Fragments de céramique de parement (carreaux et fragments de mihrabs)		
	Réflexion diffuse	Réflexion spéculaire
BDX 8983		
BDX 8984		
BDX 8985		
BDX 8986		
BDX 8987		
BDX 8988		Pas de reflet métallique perceptible (avec certitude)

Figure n 36 : Fragments de céramique de parement à décor de lustre métallique des XII au XIV^{ème} s ap J.C. provenant de Kashan et conservés au Musée National de Téhéran, Iran.

5.4. Un élément de décor à part : la calligraphie

La **calligraphie** est un élément de décoration très fréquent dans cette production (7 sur 10 échantillons). Elle se manifeste sous forme de texte **tracé** en décor de lustre métallique (usage et carreaux, fig 37a à c), réalisé en **réserve** par grattage de la couche de mélange lustrant, avant cuisson (usage, fig 37a) ou bien encore **moulé** (carreaux, BDX 8986 et 8987).

Nous avons interprété les textes des échantillons BDX 8982, 8983 et 8984 avec le concours du Dr **Babour Aminov**, spécialiste d'épigraphie persane, membre de l'association PACT Asie Centrale. Il s'agit de fragments de vers en écriture *naskhi**, attribués au poète persan du XIII^{ème} s ap J.C., Abdollah Ghouchani. Ces vers se retrouvent sur d'autres bâtiments, notamment sur les carreaux de parement du palais Persan du Takht-I Sulayman, daté du XIII^{ème} s ap J.C. (Aminov, 2007).

Sur le marli (bordure) du fragment BDX 8982 (fig 37a) est tracée en réserve, une écriture cursive* qui se lit à partir de l'intérieur de l'objet. Il semble que le texte soit incompréhensible, ce qui laisse penser à une **pseudo-calligraphie** ou à la reproduction d'un texte par un artisan illettré, d'où les erreurs (Aminov, 2007). Sous ce bandeau se trouve une deuxième ligne de calligraphie réalisée en décor brun clair sur le fond blanc. Il s'agit des vers de **poésie** de Ghouchani, dont le sens de lecture se fait depuis l'extérieur de l'objet.

Kashan (Perse), Traduction des calligraphies des échantillons BDX 8982, 8983 et 8984.		
Échantillon	Texte persan	Traduction française complète
a. BDX 8982 – Face interne 	بادم چو ازین عزم سفر می آید بر من همه خوش دلی بسر می آید گلگون سر شکم چو ابست روان از گرمروی به روی در می آید	Le voyage secret que j'ai prévu Me donne toutes les joies du monde Toutes les cachoteries de ce beau visage Sont des larmes coulant comme de l'eau
b. BDX 8983 - Face externe 	دانی که چراست ای پسندیده من پر اشک دو دیده ستم دیده من می بکشاید از ارزوی لب تو اب از دهن مردمک دیده من	Ho! Mon élue, si tu savais Pourquoi mes yeux étaient en larmes Mes larmes coulaient De la prune de mes yeux
c. BDX 8984 - Face externe 	ای رای تو صحرای امل پیمودن تا چند بر افتاب گل اندودن گر در دهن شیر شوی بهر طمع اخر نه شکار گور خواهی بودن	Tu traverses à pied sous le soleil brûlant Afin d'atteindre ton but situé dans le mirage Tu es prêt à tomber dans la gueule du lion Et ta route finale sera le tombeau

Flèches : sens de lecture - En orangé : texte persan présent sur les fragments

Figure n 37: Fragments ornés de vers de poésies du XIII^{ème} s ap J.C. attribués au poète persan Abdollah Ghouchani (Aminov, 2007). Ces poèmes indiquent que ces objets de parements mural étaient à destination profane (palais ? bâtiment public ?) et témoignent du niveau de raffinement de la culture Persane de l'époque.

En résumé,

Ces objets, bien que fragmentaires, sont des « sources documentaires » uniques. Porteurs d'une technique propre à un lieu, une époque et une fonction, ils sont des témoins des goûts, de la mode et de la richesse de la culture Persane des XIII-XIV^{ème} s ap J.C.

6. Caractéristiques physiques

6.1. Observations préliminaires

6.1.I. Mise en évidence de défauts de fabrication

Les glaçures de tous les fragments sont parcourues par un réseau de **tressaillures*** plus ou moins marquées (fig 38a,b) et parfois de **picots*** (fig 38c), mais cela n'altère que peu la vision que nous avons des objets. Les tressaillures apparaissent à cause d'écart entre les coefficients de dilatation du support céramique et de la glaçure. Quant aux picots, ils sont issus de bulles de gaz qui ont éclaté à la surface durant une cuisson trop rapide ou à cause d'une température légèrement trop basse.

Seule la glaçure transparente de l'échantillon BDX 8980 est perçue différemment de celle des autres échantillons, à cause de son support céramique clair qui fait ressortir un réseau dense de fines tressaillures (fig 38a). L'échantillon BDX 8988 quant à lui, présente une glaçure support « ridée » par endroits (fig 38c).



Figure n 38 : a. Fin réseau de tressaillures d'une glaçure transparente bleue.

b. Tressaillures d'une glaçure opaque blanche légèrement orangée.

c. Picots et « rides » dans la glaçure blanche et le décor ocre jaune. Un nouveau chauffage aurait permis de diminuer ses défauts, mais aurait aussi pu modifier, ou dégrader le décor.

6.1.II. État de conservation

Les fragments présentent un bon état général de conservation, hormis quelques altérations localisées principalement sur les décors. Celles-ci se manifestent sous forme d'**encroûtements** brunâtres (fig 39a), de **desquamations** de zones microscopiques de glaçure (fig 39b) ou de traces d'**usure**/frottements (fig 39c). Encroûtements et desquamations, peuvent résulter de l'**enfouissement** des objets (attaque par les sels), tandis que l'usure peut être issue de l'enfouissement comme de l'utilisation des objets.



Figure n 39 : a. L'encroustement ocre jaune est bien visible en lisière du décor de même teinte et sur le turquoise. b. La desquamation de fragments de glaçure a entraîné la disparition d'une partie du décor brun. c. Les traces d'usure/frottement, donnent un contact rugueux au décor bleu.

6.2 Le support céramique

6.2.I. Observation de la texture de la céramique en lumière naturelle et en cathodoluminescence

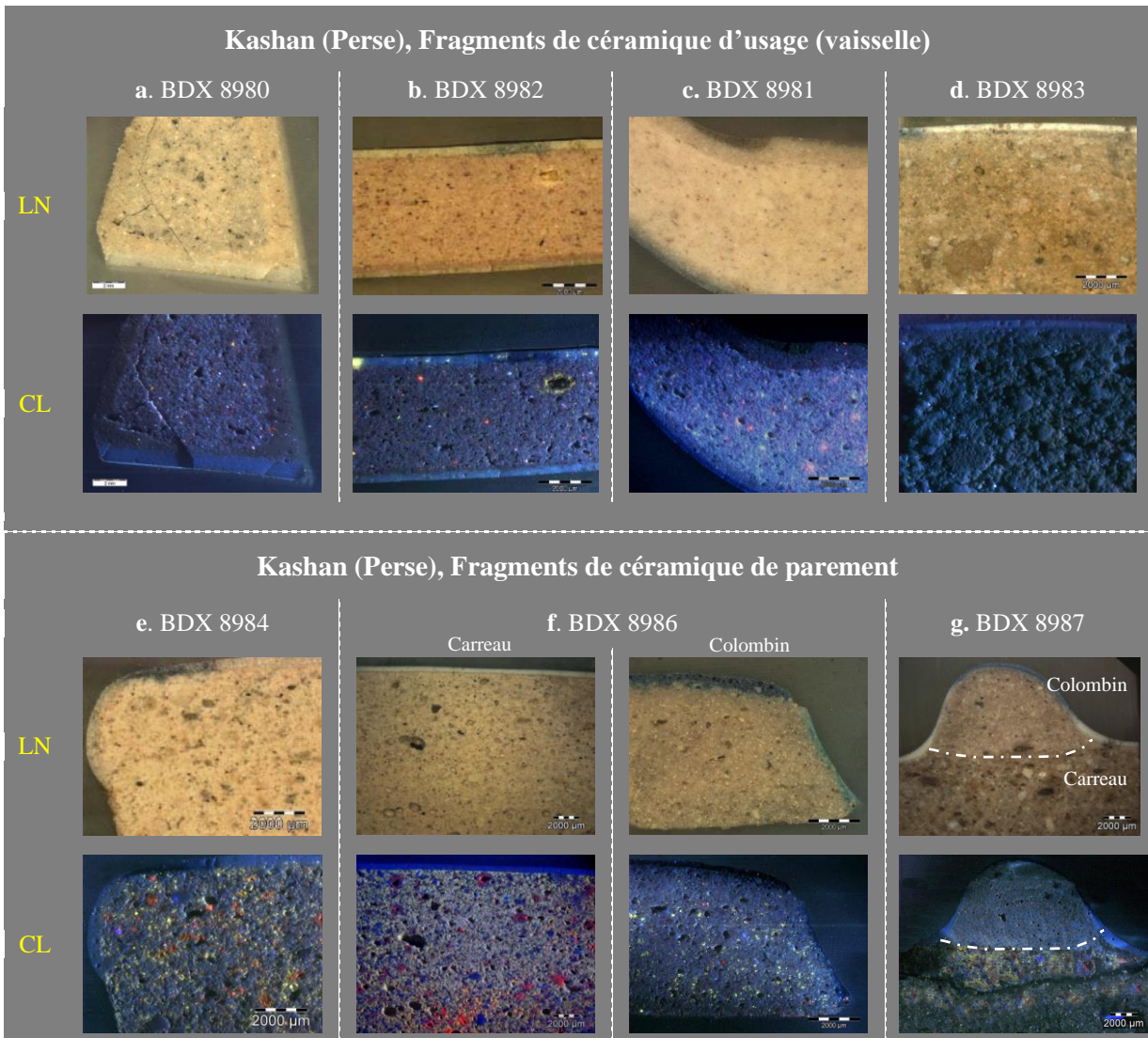
Les observations en réflexion naturelle et en cathodoluminescence sont effectuées sur des sections perpendiculaires à la surface de l'échantillon et montrent le substrat céramique et la glaçure.

a/ *En lumière naturelle* : les frites de Kashan de couleur **beige clair à beige orangé**, ont une texture **compacte** comportant des **inclusions de petites dimensions** (quelques dizaines de μm en moyenne) et des **porosités** dont la densité et les dimensions varient selon l'échantillon. Les textures sont relativement fines, notamment pour les céramiques d'usage.

Les fragments dits de mihrab, en relief (BDX 8987 et 8988), ont des **textures** légèrement **différentes**, les inclusions étant de dimensions supérieures (centaines de μm) à celles de la partie portant la calligraphie. Elles se distinguent aussi par une teinte légèrement différente, la zone avec calligraphie étant légèrement plus claire. On peut en déduire que les motifs calligraphiés ont été réalisés au colombin* avec une fritte de texture et donc probablement, de **composition différente** de celle du reste du carreau.

b/ *En cathodoluminescence* : ces substrats présentent tous une **émission** globale **bleue** avec des inclusions ponctuelles **mauves, bleues, roses, rouges** ou **jaunes** (fig 40a à g). Les céramiques d'usage présentent des inclusions très ponctuelles mauves, bleues et roses, à la différence des céramiques de parement, plus riches en inclusions d'autre nature (luminescences mauves, bleues, roses, rouges et jaunes).

Comme on pouvait s'y attendre, les **luminescences** des carreaux et des colombins des fragments de mihrab sont **différentes** (fig 40f et g), les carreaux étant plus riches en inclusions cristallines que les colombins rapportées. La luminescence permet de distinguer très nettement les deux parties du support, ce qui n'est pas toujours évident en lumière naturelle. On n'observe **aucune interface** (cristaux de néo-formation) entre les deux supports céramique, ce qui laisserait penser que deux cuissons ont été effectuées, l'une pour le carreau, l'autre pour le colombin rapporté. Toutefois, comme nous sommes en présence de frites* dans les deux cas, on peut aussi supposer que s'il y a eu mono-cuisson, la faible teneur en argile des supports n'a pas permis la croissance de cristaux à l'interface des deux supports. Cette absence d'interface est source de fragilité pour ces objets, (ex : à preuve, le détachement des deux parties du support du fragment BDX 8986 lors de la coupe de la section).



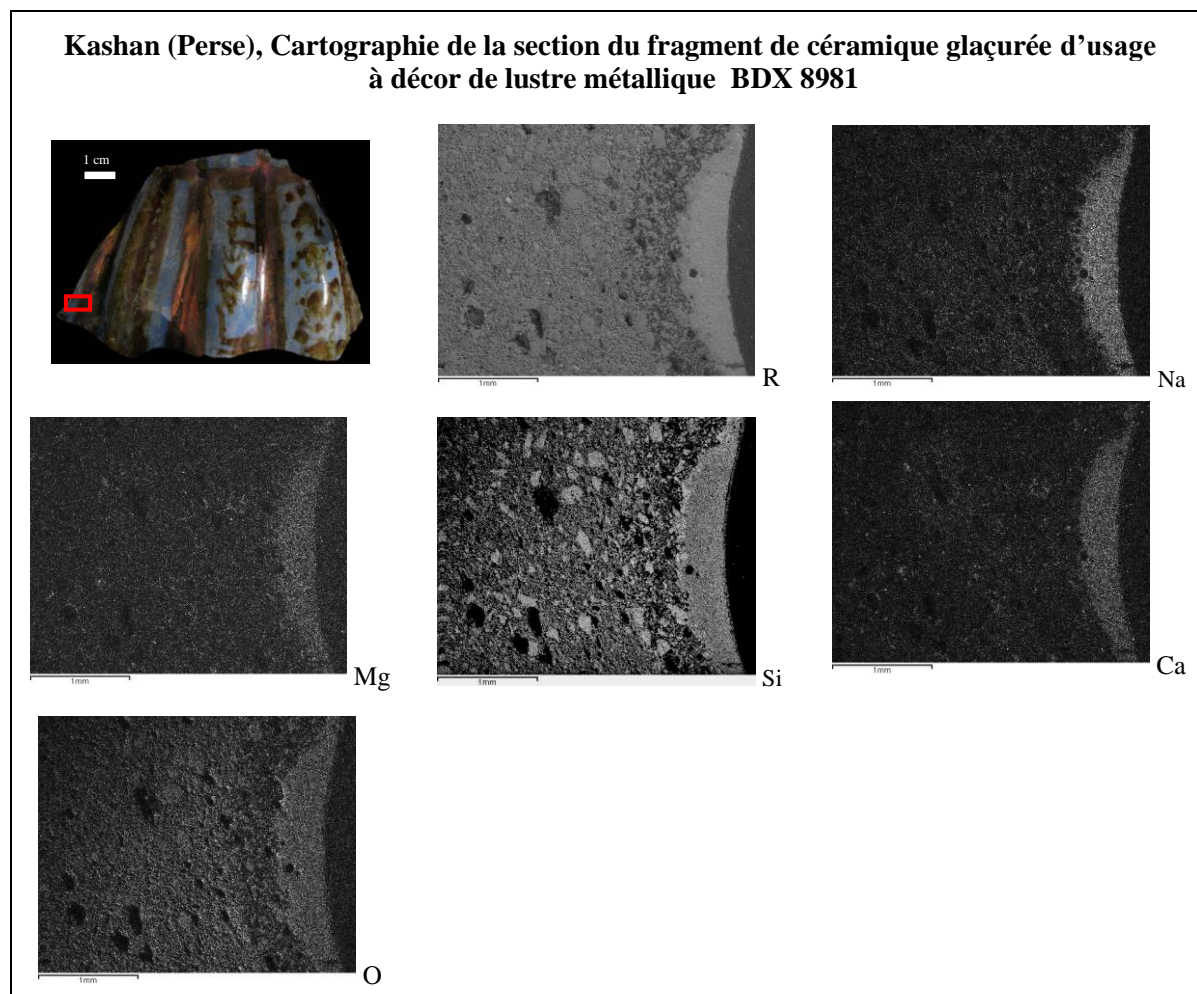
LN : lumière naturelle ; CL : cathodoluminescence

Figure n 40 : Textures en réflexion naturelle et en cathodoluminescence des supports céramiques des fragments. Une luminescence bleue/mauve domine pour l'ensemble des supports. On peut en déduire qu'une même technique de production était employée pour les supports céramiques d'usage ou de parement.

6.2.II. Micro-texture et identification des inclusions en microscopie électronique à balayage

a/ *Céramique d'usage* : L'observation en microscopie électronique à balayage confirme la **finesse de texture** des supports céramiques frittés d'usage, les inclusions et porosités ayant des dimensions de l'ordre de quelques dizaines de micromètres (fig 41).

Les inclusions à luminescence mauve ont été identifiées par fluorescence de rayons X comme étant des inclusions de **quartz** (SiO_2), qui prédominent logiquement sur des supports frittés (fig 41). Leur forme aigue indique qu'il y a eu broyage préalable, nécessaire pour obtenir une plasticité facile à travailler au tour ou à mouler (objets côtelés notamment). Les luminescences jaunes ont été attribuées respectivement à des **feldspaths** et les roses à des **pyroxènes** .



R : image en mode électrons rétrodiffusés.

Figure n 41 : Le support céramique est essentiellement constitué de silicates (quartz SiO_2), avec quelques inclusions de feldspaths et pyroxènes (Mg et Ca notamment). Ce support est exempt de fer, d'où sa teinte claire.

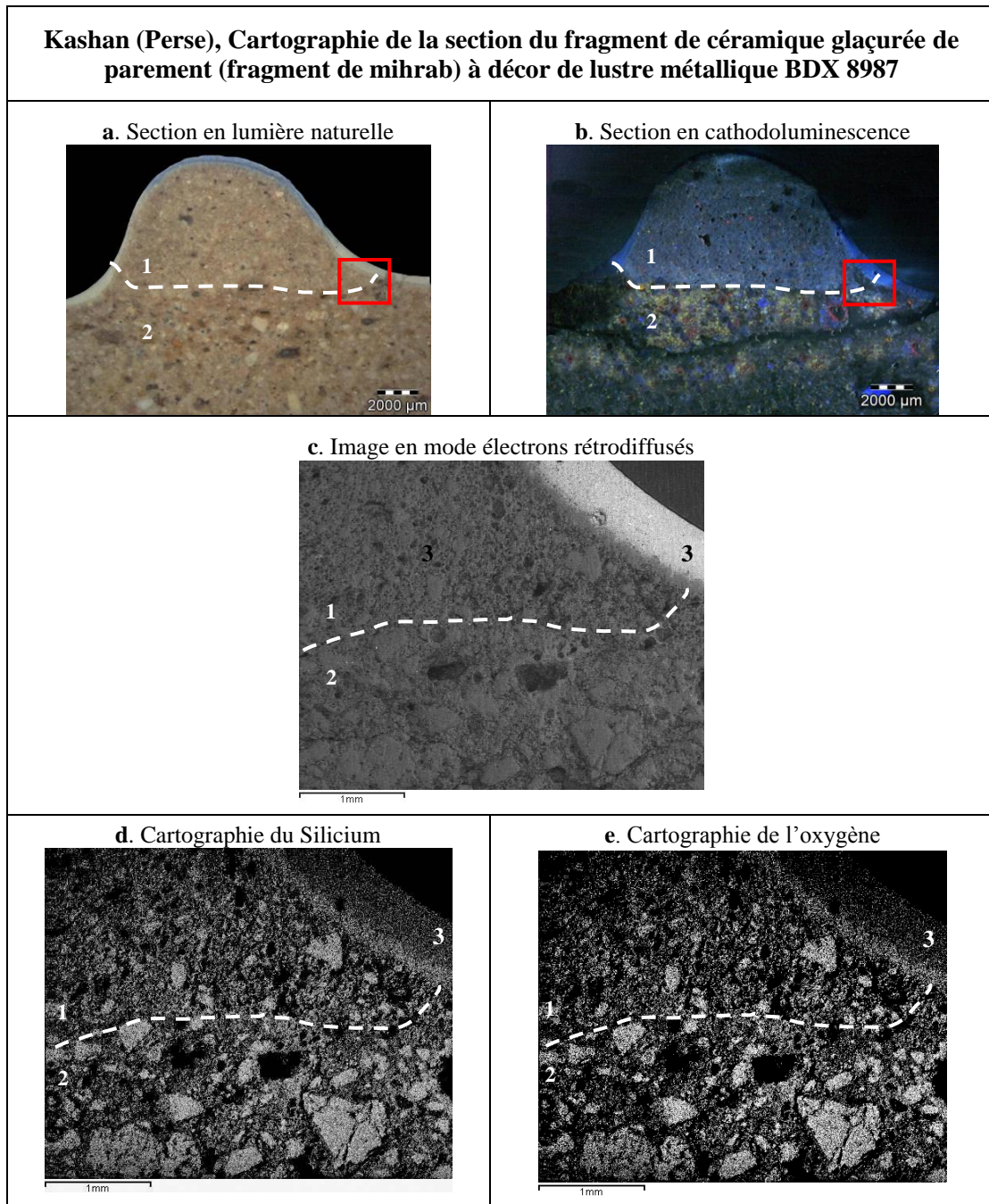
b/ Céramique de parement : ces supports ont une texture légèrement **plus grossière** que celle des céramiques de parement. Cette différence est due :

- à une plus grande **proportion d'inclusions** cristallines et de **porosités** (fig 42 et 43). La présence de porosités indique que le support cru a été travaillé mais pas complètement dégazé (compression de la pâte), pratique courante pour les carreaux. En effet l'épaisseur centimétrique et les quantités à produire (dizaine à milliers d'objets par commande), obligeaient les artisans à limiter la préparation de leur support au minimum.

- des inclusions et porosités, allant d'une centaine de micromètres à un millimètre environ (fig 42 et 43). Les porosités fragilisent la fritte et la rendent plus poreuse à l'eau (ex : fracture lors de la préparation de la section du BDX 8987).

Les **inclusions mauves** observées en cathodoluminescence ont été identifiées par fluorescence de rayons X comme étant des **quartz** (SiO_2) (fig 42). Leur forme aigüe indiquant qu'il y a eu comme pour les céramiques d'usage un broyage préalable, nécessaire pour obtenir une plasticité facile à travailler. Ces quartz sont de dimensions différentes pour les fragments de mihrab, selon que l'on se trouve dans le corps du carreau ($\leq 500 \mu\text{m}$) ou dans la partie

rapportée ($\leq 100 \mu\text{m}$). Ils dénotent donc une différence de travail et de soin apporté aux deux zones, la moulure rapportée, étant plus « soignée ».



1. Corps - 2. Élément de moulure rapporté - 3. Glaçure opaque blanche

Figure n 42 : a. En lumière naturelle il est parfois difficile de délimiter la frontière entre corps et moulure. b. La cathodoluminescence montre une nette différence de texture et de nature cristalline entre les 2 parties. c. La texture du corps est plus grossière que celle de la partie rapportée (porosités, dimension des inclusions) d et e. La majorité des inclusions sont des quartz (SiO_2) de dimensions différentes entre le corps (plus grossier) et la partie rapportée (plus fine) ce qui dénote une différence de traitement entre les deux parties du carreau.

De nombreuses micro-inclusions sont présentes dans les supports de parement, notamment les corps des mihrabs. Les luminescences jaunes peuvent être corrélées à la

présence de **feldspaths plagioclases** (riches en Na et Ca) de type albite ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) et les roses à des **pyroxènes** (diopside, $\text{CaMgAlSi}_2\text{O}_6$) (Schvoerer *et al.*, 1994). Les luminescences rouges peuvent être dues à des concrétions de carbonates magnésiens (dolomite) riches en **manganèse** Mn^{2+} ou d'aluminosilicates riches en **chrome** Cr^{3+} concentrées au niveau des pores (fig 43). Elles sont probablement issues de la destruction de composants lors du chauffage, notamment le calcaire et la dolomite (Chabanne, 2005). Chrome et manganèse sont présents sous forme de traces et donc difficilement observables et/ou quantifiables car sous le seuil de détection de l'appareillage.

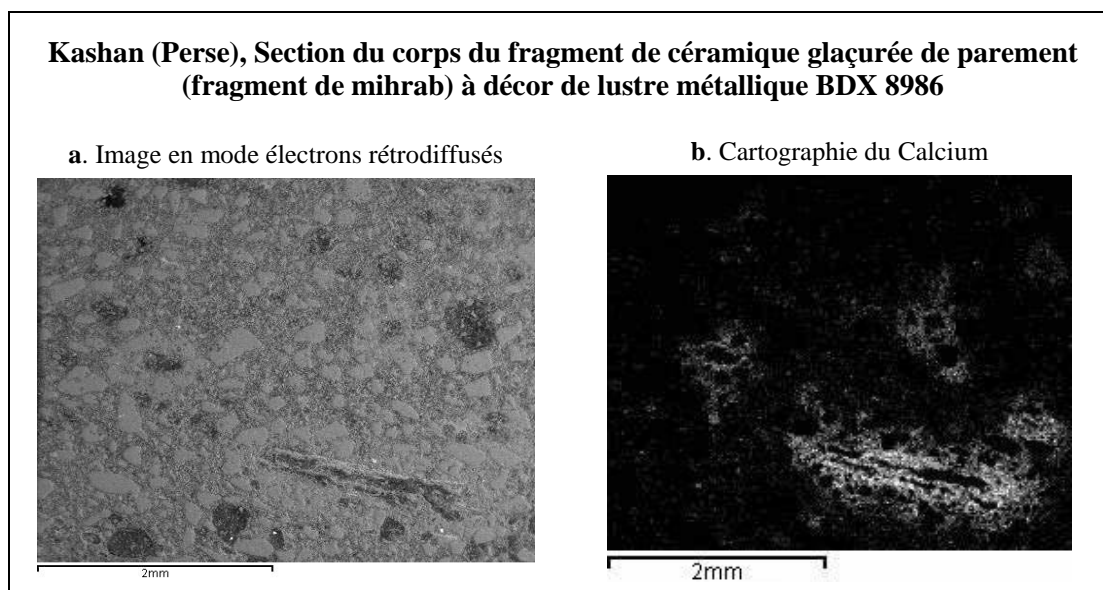


Figure n 43 : a. On ne peut distinguer en électrons diffusés les zones à luminescences rouges du reste du support céramique, le contraste de densité étant très faible.

b. Les concrétions qui entourent porosités est cristaux luminescence rouge, sont riches en calcium. La couleur rouge en luminescence est attribuable soit à du manganèse Mn^{2+} dans un ciment dolomitique, soit à du chrome Cr^{3+} dans un aluminat. Étant donné qu'il s'agit d'éléments trace, ils n'ont pu être observés.

6.2.III. Composition cristalline du support céramique

Les résultats des compositions cristallines ont été obtenus par diffraction de rayons X sur poudre.

Les résultats des analyses en diffraction de rayons X effectuées sur les supports céramiques (corps et calligraphies) de fragments de vaisselle ou de décor architectural de Kashan montrent sans distinction de fonction, la présence **majoritaire** de **quartz**. Les autres phases détectées en faibles teneurs (pics de faible intensité) sont l'**albite** ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) (sauf BDX 8988) et parfois le **diopside** ($\text{Ca, Mg} [(\text{SiO}_3)_2]$), ce qui confirme les observations effectuées en cathodoluminescence et microscopie à balayage (tableau 10). Il est possible que d'autres cristaux présents en très faibles teneurs n'aient pas été détectés.

La présence majoritaire de quartz laisse penser qu'il s'agit de supports céramiques de type **fritte** (quartz maintenu par un liant généralement argileux) et non des terres cuites. Cette nature quartzreuse, déjà mise en avant dans la bibliographie (Mason, 2004 ; Chabanne, 2005) explique la faible variété de cristaux que l'on retrouve dans les supports céramiques de Kashan.

Cristal	Vaisselle				Parements architecturaux					
	8979	8980	8981	8982	8983	8984	8985	8986	8987	8988
Quartz (SiO ₂)	XX	XX	XX	XX	XX	XX	XX	XX	XX	XX
Albite (NaAlSiO ₄)	X	X	X	X	X	X	X	X	X	
Diopside (CaMgAlSi ₂ O ₆)		X	X			X				

XX : pic de forte intensité ; X : pic de faible intensité.

Tableau n 10: Présence ou absence de cristaux des supports céramiques des fragments de céramiques glaçurées à décor de lustre métallique de Kashan. Le quartz est la phase majoritaire, confirmant la nature de fritte des supports céramiques. Aucune différence n'apparaît entre les frites des vaisselles et des parements muraux.

6.2.IV. Composition élémentaire du support céramique

L'analyse élémentaire du support céramique des échantillons a été effectuée par fluorescence de rayons X sur section polie perpendiculaire à la surface. Cinq zones de 1080 x 875 μm² ont été considérées pour chaque échantillon.

a/ *Les céramiques d'usage* : ces supports de composition homogène se composent majoritairement de **silicium** (SiO₂ ≈ 80 % en moyenne) (tableau 10), ce qui confirme leur nature de **fritte** (Mason, 2004 ; Chabanne, 2005).

On note également la présence en teneurs non négligeables d'**aluminium** (Al₂O₃ ≈ 8%), de **sodium** (Na₂O ≈ 3.9 %), de **calcium** (CaO ≈ 1.9 %) et de **potassium** (K₂O : ≈ 1.6 %) (tableau 11, fig 44). Ces éléments sont corrélables à un ajout d'argile, nécessaire au modelage du support (Mason, 2004, Chabanne, 2005).

Le fer et le titane présents à hauteur de 1 % peuvent être des impuretés contenues naturellement dans les matériaux de base.

Ces supports de composition très homogène, laissent penser qu'un seul type de fritte a été employé.

b/ *Les céramiques de parement* : il s'agit ici aussi de **frites** riches en **silicium** (SiO₂ ≈ 83 % en moyenne). Le liant argileux d'origine se retrouve à travers la présence d'**aluminium** (Al₂O₃ ≈ 6%), de **calcium** (CaO ≈ 3.6 %), de **sodium** (Na₂O ≈ 3.1 %), de **potassium** (K₂O : ≈ 1.1 %) et de magnésium (MgO : ≈ 1.2 %) (tableau 11). Le fer et le titane se retrouvent dans les mêmes proportions que dans les céramiques d'usage, soit autour de 1 % en moyenne.

Contrairement aux céramiques d'usage, on constate des **variations** dans les **compositions** entre échantillons, voire pour un même échantillon comme c'est le cas des fragments BDX 8986 et 8987. Les corps des carreaux sont plus riches en argiles que les motifs rapportés calligraphiés, avec des teneurs en aluminium et calcium supérieures (Al₂O₃ corps : ≈ 8% et Al₂O₃ moule : ≈ 4%) (CaO corps : ≈ 5% et CaO moule : ≈ 2%) (tableau 10, fig 44). Cette différence de composition peut être liée à une pratique ou une recette spécifique aux calligraphies rapportées.

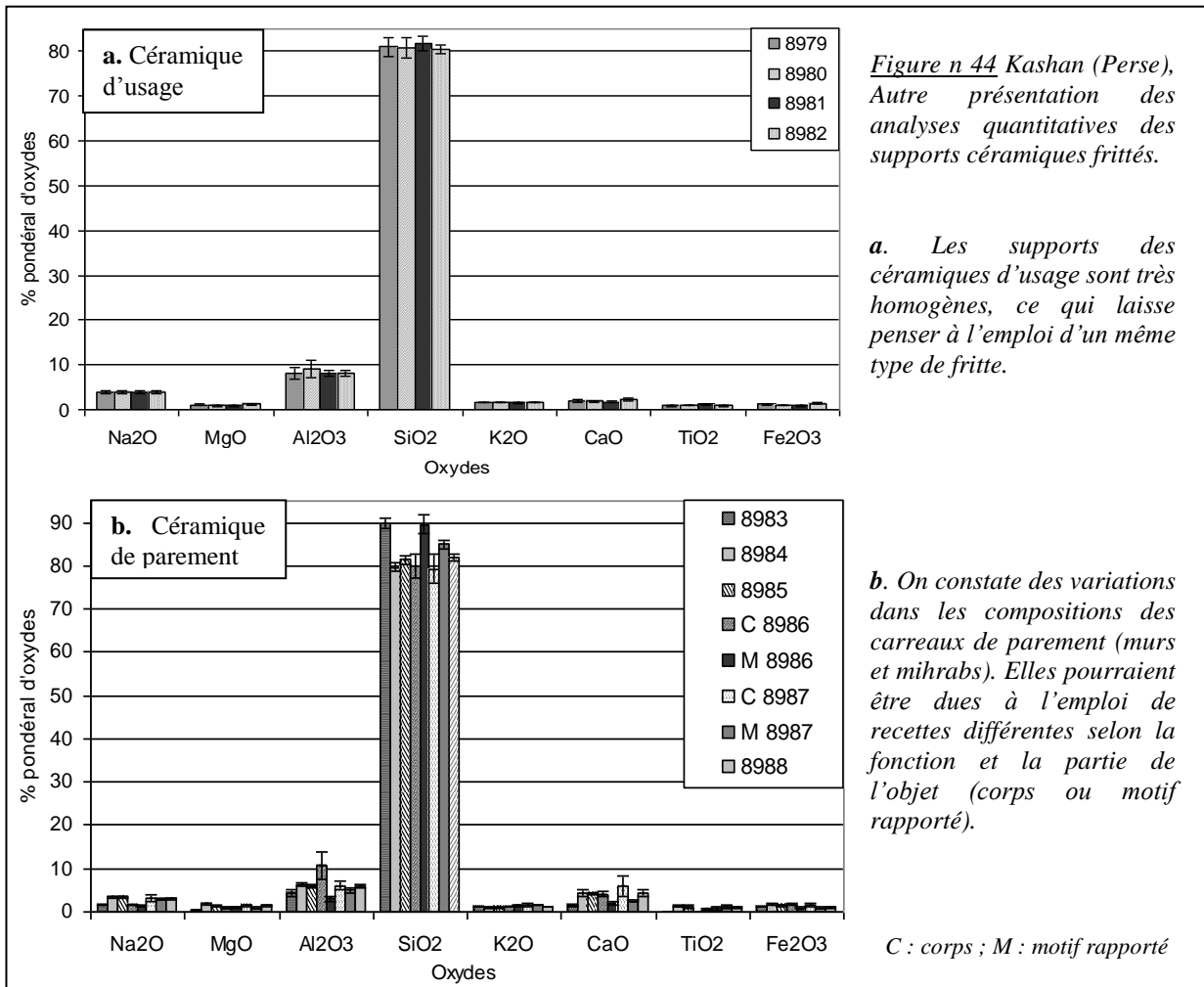
Ces différences sont peut être liées à la réalisation des objets par différents ateliers ou à des sources d'approvisionnement différentes.

Kashan (Perse) Compositions élémentaires des supports céramiques des céramiques d'usage				
	8979	8980	8981	8982
Na ₂ O	3.92 ± 0.21	3.88 ± 0.26	3.98 ± 0.38	3.87 ± 0.22
MgO	1.11 ± 0.19	0.91 ± 0.21	0.89 ± 0.17	1.2 ± 0.2
Al ₂ O ₃	8.21 ± 1.3	9.06 ± 1.86	7.97 ± 0.63	8.12 ± 0.68
SiO ₂	81.01 ± 2.14	80.7 ± 2.26	81.81 ± 1.5	80.48 ± 1.7
K ₂ O	1.62 ± 0.1	1.61 ± 0.1	1.58 ± 0.13	1.62 ± 0.09
CaO	2 ± 0.28	1.83 ± 0.27	1.73 ± 0.25	2.38 ± 0.35
TiO ₂	0.92 ± 0.17	0.98 ± 0.13	1.16 ± 0.12	0.92 ± 0.2
Fe ₂ O ₃	1.21 ± 0.11	1.03 ± 0.1	0.88 ± 0.2	1.41 ± 0.15

Kashan (Perse) Compositions élémentaires des supports céramiques des céramiques de parement								
	8983	8984	8985	8986 C	8986 M	8987 C	8987 M	8988
Na ₂ O	1.53 ± 0.12	3.51 ± 0.17	3.47 ± 0.18	1.56 ± 0.16	1.37 ± 0.15	3.12 ± 0.72	2.93 ± 0.2	3.01 ± 0.16
MgO	0.47 ± 0.06	1.79 ± 0.22	1.32 ± 0.21	0.98 ± 0.29	1 ± 0.31	1.43 ± 0.33	0.98 ± 0.2	1.42 ± 0.23
Al ₂ O ₃	4.34 ± 0.75	6.45 ± 0.32	6.01 ± 0.44	10.64 ± 3.2	3.04 ± 0.53	6.09 ± 0.97	4.96 ± 0.45	5.99 ± 0.29
SiO ₂	89.95 ± 1.9	79.74 ± 0.9	81.45 ± 1	79.96 ± 2.85	89.6 ± 2.07	79.3 ± 3.42	84.96 ± 1.08	81.91 ± 0.88
K ₂ O	1.15 ± 0.07	1.1 ± 0.12	1.02 ± 0.08	1.07 ± 0.08	1.5 ± 0.19	1.57 ± 0.28	1.52 ± 0.09	1.13 ± 0.09
CaO	1.44 ± 0.3	4.33 ± 0.89	4.18 ± 0.16	4.1 ± 0.48	2.01 ± 0.49	6.03 ± 2.27	2.46 ± 0.14	4.38 ± 0.84
TiO ₂	nd	1.37 ± 0.3	1.12 ± 0.51	nd	0.62 ± 0.08	0.8 ± 0.21	1.24 ± 0.34	1.11 ± 0.27
Fe ₂ O ₃	1.12 ± 0.09	1.71 ± 0.19	1.43 ± 0.07	1.69 ± 0.29	0.86 ± 0.22	1.66 ± 0.4	0.95 ± 0.08	1.05 ± 0.17

C : corps ; M : motif rapporté Non détectés : P₂O₅, SO₃, Cl, MnO

Tableau n 11 : On constate l'homogénéité dans les céramiques d'usage, que l'on ne retrouve pas pour celles de parement. Peut-être sont-elles issues d'ateliers ou de sources d'approvisionnements différents.



6.2.V. Comparaison avec le traité d'Abu'l Qasem al Kashani (1301 ap J.C.)

Le chapitre 27 du traité d'Abu'l Qasem Al Kashani qui décrit la préparation d'un décor de lustre métallique, mentionne comme support du décor des « **céramiques de Kashan** » sans autre précision (Allan, 1973). Il évoque dans le 24^{ème} chapitre, qui traite de la fabrication de supports céramiques glaçurées (pour des décors autres que le lustre métallique), deux supports : une « terre verte », assimilable à une **argile verte** et une « terre blanche » qui peut correspondre à une argile claire ou une **fritte** de couleur pâle. Si on s'en tient à ces indications, les analyses sont en accord avec le texte ancien.

En résumé,

Comme on pouvait s'y attendre d'après la bibliographie, ces fragments ont des supports céramiques frittés contenant de l'argile. Les frites des céramiques d'usage sont très homogènes, contrairement à celles des carreaux de parement qui présentent des disparités. Cette différence est probablement due à des impératifs techniques (moulage, travail manuel), ainsi qu'à la fonction des objets. L'utilisation systématique de fritte pourrait être considérée comme une tradition, liée à un savoir-faire que devait partager les ateliers de Kashan.

6.3. La glaçure

6.3.I. Couleur de la glaçure

Les résultats relatifs aux couleurs des glaçures ont été obtenus par spectroradiométrie. Les mesures ont été effectuées en privilégiant les zones de glaçure visuellement saines de toute altération.

a/ Céramique d'usage : on observe plusieurs types de glaçure (fig 45)








- **Transparente incolore** : les glaçures des faces externes du BDX 8979 et interne du BDX 8980 sont visuellement transparentes incolores. Elles se trouvent dans le domaine allant du **jaune** au **jaune-orange** (λ : 581 à 579 nm) (tableau 12) et sont lumineuses (Pe : 31.9 et 26.8 ; L* : 65.81 et 70.43), la teinte claire du support renforçant cette impression.

- **Transparente bleue** : la face externe du BDX 8980 est recouverte d'une glaçure transparente **bleue** (λ : 481 nm) claire (Pe : 15.49 % et L* : 58.96 %) (tableau 12).

- **Opaque blanche** : les glaçures opaques blanches sont les plus courantes parmi les céramiques d'usage (BDX 8979, 8981 et 8982) (tableau 12). Leur couleur blanche est légèrement teintée de **vert-jaune** ou de **jaune** (λ : 569 à 573). Leur luminosité élevée et leur pureté d'excitation faible en font des couleurs pâles et lumineuses (Pe : 11 à 22 % et L* : 65 à 72 %).







- **Opaque bleue** : elle est peu courante et ne se retrouve que sur un seul échantillon (BDX 8981), comme la glaçure transparente bleue. Cette glaçure **bleue** (λ : 477 nm) (tableau 12) est peu saturée et relativement peu lumineuse (Pe : 18.58 % et L* : 35.04 %).

b/ Céramique de parement : chaque carreau est recouvert par une glaçure **opaque blanche** légèrement teintée de **vert-jaune** ou de **jaune-orange** (λ : 569 à 580 nm) (tableau 13). Leur faible pureté d'excitation et leur luminosité élevée en font des couleurs claires (Pe : 4.59 à 26.86 % et L* : 60.33 à 73.88 %). L'emploi de glaçures opaques blanchâtres permet de mettre le décor en valeur, le contraste entre le blanc et le décor brun en réflexion diffuse étant très net. Étant donné l'emploi mural et donc l'observation parfois à distance des carreaux, il semble logique d'employer un support opaque qui améliore la perception des décors.

Kashan (Perse) Coordonnées chromatiques des glaçures des fragments d'usage												
BDX	Face	Teinte (visuelle)	Zone étudiée	Teinte (mesurée)	λ (nm)	Pe	Coordonnées Yxy			Coordonnées L*a*b*		
							Y	x	y	L*	a*	b*
8979	Ext	Transp. incolore		Jaune-orange	581	31.9	35.08	0.38	0.38	65.81	6.56	22.40
8980	Int	Opaque crème		Jaune-verdâtre	573	19.85	43.89	0.34	0.37	72.15	-2.62	16.11
	Ext	Transp. bleue		Bleu-verdâtre	482	15.49	17.56	0.28	0.30	58.96	-2.24	-9.99
8981	Int	Transp. incolore		Jaune	579	26.8	41.36	0.36	0.37	70.43	3.76	20.11
	Ext	Opaque bleue		Bleu	477	18.58	8.52	0.27	0.29	35.04	0.33	-10.60
8982	Int	Opaque crème		Vert-jaune	569	10.86	35.87	0.33	0.35	66.42	-3.79	8.65
	Ext	Opaque crème		Jaune	577	21.86	34.63	0.35	0.37	65.46	0.72	15.80

Ext : glaçure de la face externe ; Int : glaçure de la face interne ; Transp : transparente

Tableau n 12 : Les glaçures d'usage peuvent être transparentes (incolores, bleues) ou opaques (blanches, bleues). Cette diversité de teintes, permet de créer de multiples variantes d'un même objet (plat, vase, etc.).

Kashan (Perse) Coordonnées chromatiques des glaçures des fragments de parement												
BDX	Face	Teinte (visuelle)	Zone étudiée	Teinte (mesurée)	λ (nm)	Pe	Coordonnées Yxy			Coordonnées L*a*b*		
							Y	x	y	L*	a*	b*
8983	Ext	Opaque blanche		Jaune	579	22.48	28.5	0.36	0.36	60.33	2.89	14.82
8984	Ext	Opaque blanche		Jaune-orange	580	26.86	37.57	0.366	0.37	67.7	4.24	19.46
8985	Ext	Opaque beige		Jaune	578	16.29	39.66	0.34	0.366	69.23	1.20	12.17
8986	Ext	Opaque blanche		Vert-jaune	569	13.26	46.52	0.33	0.35	73.88	-4.58	11.5
8987	Ext	Opaque blanche		Jaune	578	24.33	28.92	0.36	0.37	60.71	1.90	16.37
8988	Ext	Opaque blanche		Jaune	577	4.59	41.33	0.34	0.36	70.4	0.43	12.5

Ext : glaçure de la face externe ; Int : glaçure de la face interne ; Transp : transparente

Tableau n 13 : Les glaçures de parement sont systématiquement opaques blanches pour faire ressortir le décor.

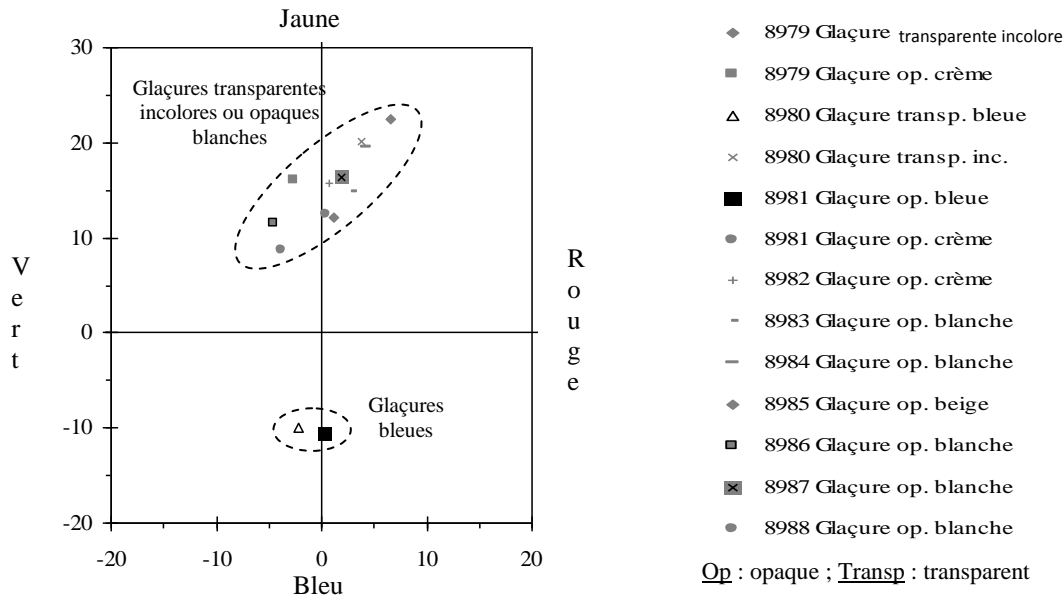


Figure n 45: Kashan (Perse), Représentation dans le système L*a*b* (CIE, 1976) des teintes des glaçures des dix échantillons étudiés. Les glaçures bleues (transparentes ou opaques) situées dans le domaine/« quart » rouge/bleu ou vert/bleu, se différencient nettement des glaçures transparentes incolores et opaques blanches, situées dans les quarts jaune/rouge ou jaune/vert.

6.3.II. Observation de la texture de la glaçure et de l'interface terre cuite/glaçure en lumière naturelle, cathodoluminescence et microscopie électronique à balayage

a/ *En lumière naturelle* : les glaçures (blanches, bleues, transparentes incolores) sont compactes et d'épaisseur variable selon leur fonction : entre 300 et 600 μm pour les céramiques d'usage, et entre 600 μm et 1 mm pour celles de parement. Ces glaçures comportent généralement **peu de bulles** ou **d'inclusions** (cristaux non fondus) ce qui indique que le mélange glaçurant était finement broyé et qu'il a été suffisamment chauffé (température et durée) pour que les cristaux fondent et que les gaz s'échappent du mélange en fusion.

Aucune interface terre cuite/glaçure n'est observable.

b/ *En cathodoluminescence* : on distingue les glaçures transparentes sans luminescence propre, des glaçures opaques présentant une **luminescence bleue** attribuée à la présence de cassitérite (SnO_2) qui sert d'opacifiant (El Maraki, 1998). Seule la glaçure de la face interne de l'échantillon BDX 8982 présente des micro-inclusions à luminescence jaune (fig 40), qui peuvent être des cristaux non fondus ou de néoformation.

L'**interface** terre cuite/glaçure ne présente **aucune luminescence**, ce qui laisse penser que les céramiques d'usage, comme les carreaux de parement ont subi une double cuisson, une pour la fritte, l'autre pour la glaçure (El Maraki, 1998). Une double cuisson permet de rectifier les défauts des frites avant la pose de la glaçure.

c/ *Microscopie électronique à balayage* : les glaçures sont **homogènes** et ne présentent en général pas d'inclusions minérales. On observe quelques **altérations** qui partent des tressaillures ou fractures. Ces altérations entraînent localement la lixiviation des alcalins (Na ou/et K), remplacés par du phosphore et du soufre venus du milieu d'enfouissement pour les objets archéologiques. Un exemple représentatif, est présenté ci-après (fig 46) avec l'altération de la glaçure opaque blanche de la face interne de l'échantillon BDX 8982.

On n'observe **pas de cristaux** de néoformation à l'interface terre-cuite/glaçure. Elle est seulement marquée par la présence de **quartz**, due à la **pénétration** sur quelques

micromètres de profondeur de la **glaçure** en fusion dans le support poreux (fig 46). Cette interface qui se crée naturellement entre supports frittés et glaçuré renforce l'**adhérence** entre le tesson et la couche vitreuse de la même manière que le feraient des cristaux de néoformation entre terre cuite et glaçure.

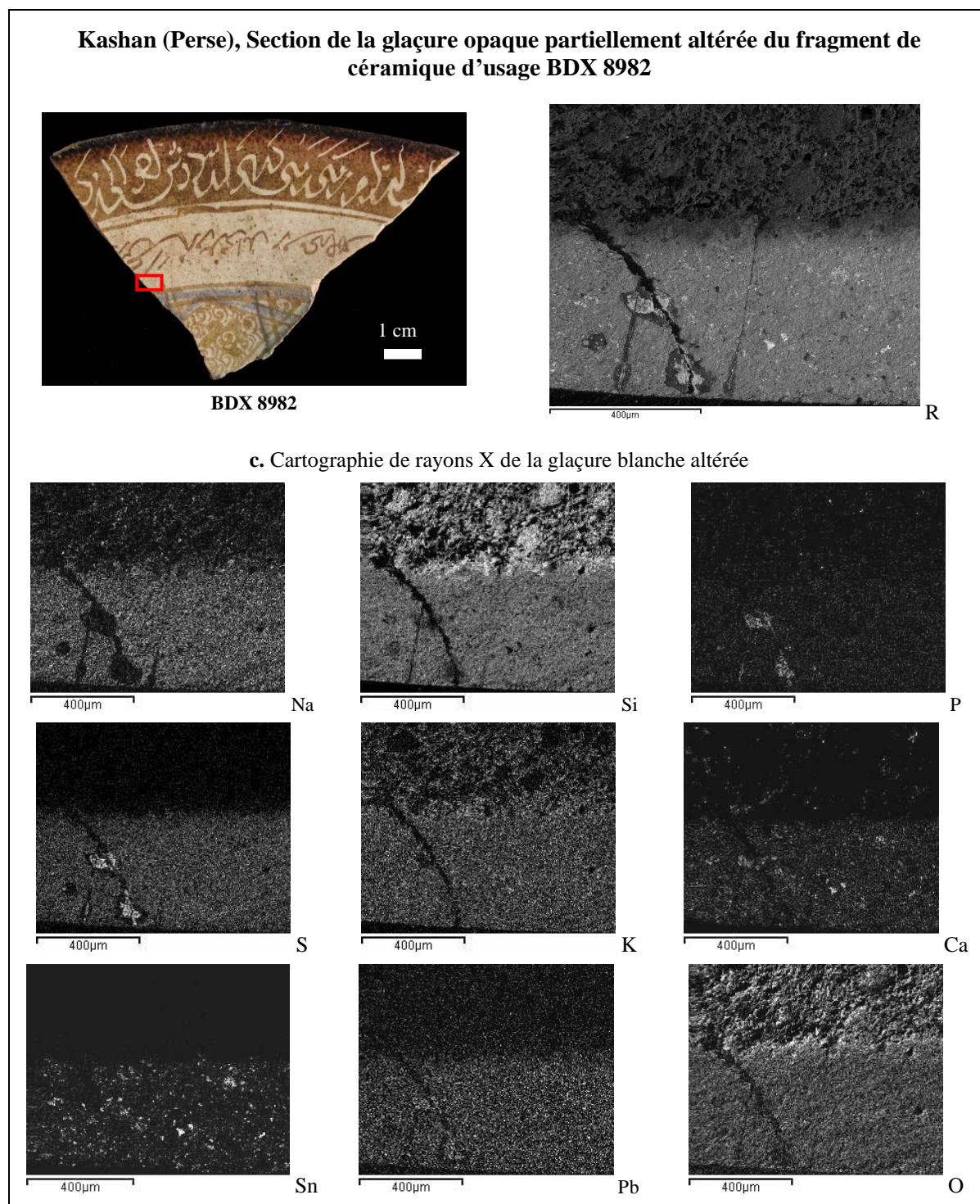


Figure n 46 : L'eau (chargée de sels dissous) qui a pénétré dans la glaçure opaque blanche par les tressaillures et fractures (R) a lixivié le sodium, laissant la place à du phosphore (P) ou/et au soufre (S). L'interface terre cuite / glaçure riche en quartz SiO_2 , est visible à la base des zones non altérées.

6.3.III. Composition élémentaire de la glaçure

L'analyse élémentaire des glaçures a été effectuée par fluorescence de rayons X sur section polie perpendiculaire à la surface. Cinq zones de $108 \times 88 \mu\text{m}^2$ ont été considérées pour chaque échantillon.

a/ *Céramique d'usage* : les glaçures couvrant les faces des fragments sont toutes **alcalino-plombifères** avec des teneurs en fondants différentes.

- **Transparente incolore** : les glaçures du fragment BDX 8979 sont de composition identique à l'écart type-près, ce qui laisse penser qu'un seul mélange glaçurant a été employé.

La glaçure de la face interne de l'échantillon BDX 8981 à une teneur en **plomb** très **faible** ($\text{PbO} : 1.14 \pm 0.09 \%$) (tableau 14, fig 48). Ceci pourrait être lié à la forme fermée de l'objet (vase ou aiguière), la glaçure interne non visible n'ayant pour but que d'imperméabiliser la surface. Cette glaçure ne nécessitait donc pas obligatoirement l'utilisation de plomb, qui donne de la brillance à la couche de verre (ex : le cristal qui est un verre au plomb).

La spectrométrie d'absorption optique nous indique que la teinte légèrement jaune de ces glaçures est due au **fer** sous forme Fe^{3+} (bandes d'absorption à 380, 419 et 448 nm) (Bamford, 1961).

- **Transparente bleu-verte** : on la retrouve seulement sur la face externe du fragment BDX 8980. Cette glaçure a des teneurs sensiblement identiques en fondants alcalins (Na et K) et plombifères ($\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} : 11.6 \%$ et $\text{PbO} : 10.1 \%$) (tableau 14). Sa légère teinte bleu-verdâtre est donnée par le **fer** Fe^{3+} et le **cobalt** Co^{2+} ($\text{Fe}_2\text{O}_3 : 2.31 \pm 0.23 \%$ et $\text{CoO} : 0.12 \pm 0.05 \%$) (tableau 14, fig 47 et 48).

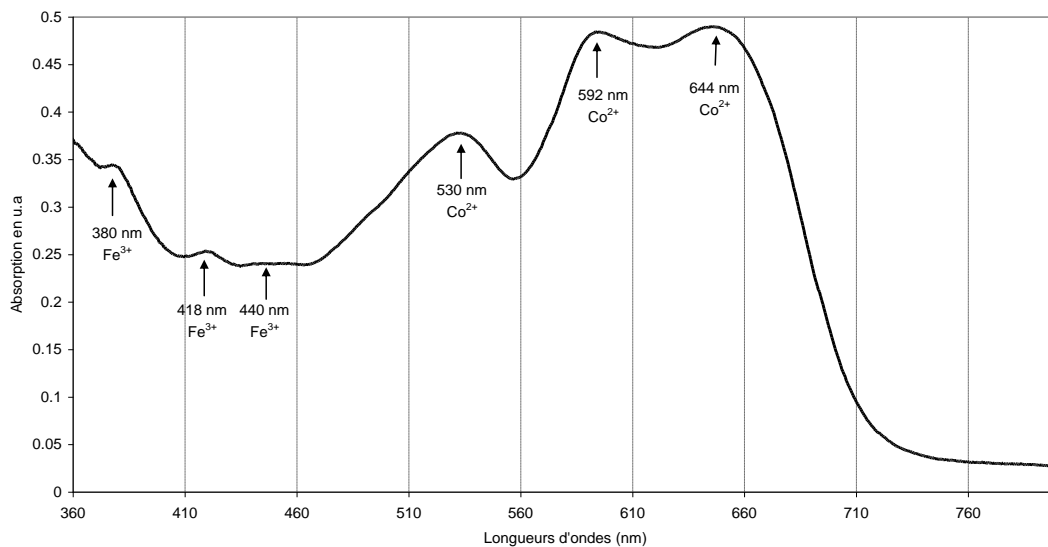


Figure n 47 : Kashan (Perse), Identification du chromogène bleu de la glaçure transparente de la face externe de l'échantillon BDX 8981. Les épaulements à 380, 418 et 440 nm du spectre d'absorption optique sont attribuables au fer Fe^{3+} (Bamford, 1961), tandis que les bandes à 530, 592 et 644 nm, les plus intenses, sont caractéristiques du cobalt Co^{2+} (Lajarte, 1979).

- **Opaque blanche** : les glaçures opaques blanches sont **qualitativement identiques**. On observe cependant des différences quantitatives, notamment de la teneur en plomb (PbO de 10.76 à 19.43 %), ce qui pourrait indiquer l'emploi de mélanges glaçurants différents (tableau 14). La couleur blanche légèrement teintée de jaune-vert, est donnée par la présence de **cassitérite** (SnO_2) et de **fer** Fe^{3+} (bandes d'absorption à 377, 421 et 441 nm) (Bamford, 1977).

- **Opaque bleue** : on dispose pour ce type de production d'un exemple de glaçure opaque bleue, sur la face externe du fragment BDX 8981. Sa composition est très proche de celle de la glaçure transparente bleue (mêmes teneurs en fondants alcalins et plombifères), hormis la présence d'**oxyde d'étain** (cassitérite, SnO_2 : 4.81 ± 0.3 %) qui opacifie (tableau 14). La teinte de la glaçure résulte ici de la seule présence de **cobalt Co^{2+}** (CoO : 0.11 ± 0.07 %) (épaulements du Co^{2+} à 529, 590 et 641 nm) (Bamford, 1961 ; Raillaac-Desfosses, 1994).

b/ *Céramique de parement* : les glaçures opaques blanches comportent les mêmes éléments. La principale différence entre elles est la teneur en **aluminium** qui varie de 1.36 à 5.76 % (Al_2O_3) (tableau 14). Cette différence pourrait résulter de mélanges glaçurés ou de matériaux différents : sable non purifié de ses impuretés (feldspaths, micas), introduction de feldspaths broyés, d'argile... Les teneurs en plomb sont relativement élevées avec une moyenne de 18 % de PbO . Cette forte teneur rend la glaçure liquide plus nappante, ce qui permet de couvrir de manière homogène les carreaux. La couleur blanche légèrement teintée de jaune, est due à la présence de **cassitérite** (SnO_2) et de **fer Fe^{3+}** (bandes d'absorption à 380, 422 et 439 nm) (Bamford, 1977).

Kashan (Perse), Composition élémentaire des glaçures de céramiques d'usage								
	8979		8980		8981		8982	
	F.interne Transp	F.Externe Transp	F.interne Op blanche	F.Externe Trans bleue	F.interne Transp	F.Externe Op bleue	F.interne Op blanche	F.Externe Op blanche
Na₂O	11.2 ± 0.17	10.83 ± 0.19	8.98 ± 0.14	10.09 ± 0.25	11.57 ± 0.07	8.57 ± 0.26	8.18 ± 0.25	8.87 ± 0.31
MgO	3.22 ± 0.15	2.98 ± 0.21	1.85 ± 0.07	2.49 ± 0.06	3.46 ± 0.15	2.17 ± 0.22	2.39 ± 0.26	2.18 ± 0.04
Al₂O₃	2.61 ± 0.59	2.53 ± 0.53	1.83 ± 0.08	2.35 ± 0.3	2.7 ± 0.24	3.02 ± 0.99	2.46 ± 0.35	1.78 ± 0.06
SiO₂	68.5 ± 1.38	69.56 ± 0.41	56.29 ± 0.53	66.6 ± 0.57	72.51 ± 0.27	64.71 ± 0.52	55.31 ± 0.44	60.73 ± 0.5
Cl	0.08 ± 0.07	0.05 ± 0.04	nd	nd	0.1 ± 0.03	nd	0.59 ± 0.1	0.73 ± 0.08
K₂O	1.48 ± 0.10	1.60 ± 0.08	1.31 ± 0.03	1.57 ± 0.05	1.63 ± 0.02	1.63 ± 0.12	2.27 ± 0.11	2.78 ± 0.14
CaO	5.21 ± 0.27	5.06 ± 0.31	3.42 ± 0.09	4.37 ± 0.27	5.75 ± 0.28	3.64 ± 0.34	4.75 ± 0.32	3.57 ± 0.33
Fe₂O₃	1.57 ± 0.22	1.73 ± 0.15	0.81 ± 0.1	2.31 ± 0.23	1.14 ± 0.12	0.87 ± 0.11	0.93 ± 0.21	0.87 ± 0.24
CoO	nd	nd	nd	0.12 ± 0.05	nd	0.11 ± 0.07	nd	nd
SnO₂	nd	nd	6.08 ± 0.66	nd	nd	4.81 ± 0.3	8.74 ± 0.64	7.73 ± 0.88
PbO	6.13 ± 0.72	5.68 ± 0.48	19.43 ± 0.54	10.1 ± 0.26	1.14 ± 0.09	10.47 ± 0.7	14.38 ± 0.65	10.76 ± 0.48

Kashan (Perse), Composition élémentaire des glaçures des céramiques de parement						
	8983 Op.blanche	8984 Op.blanche	8985 Op.blanche	8986 Op.blanche	8987 Op.blanche	8988 Op.blanche
Na₂O	6.32 ± 0.3	7.52 ± 0.22	6.92 ± 0.26	6.23 ± 0.07	7.92 ± 0.28	7.02 ± 0.20
MgO	1.58 ± 0.33	2 ± 0.11	1.79 ± 0.22	1.75 ± 0.03	2.11 ± 0.11	1.88 ± 0.12
Al₂O₃	5.76 ± 1.93	1.36 ± 0.16	3.56 ± 1.05	1.9 ± 0.19	1.56 ± 0.2	2.34 ± 0.48
SiO₂	51.22 ± 2.3	56.13 ± 2.29	53.68 ± 2.30	51.8 ± 1.43	56.21 ± 1.66	53.90 ± 1.46
Cl	1.06 ± 0.23	nd	0.53 ± 0.12	0.51 ± 0.04	nd	0.35 ± 0.05
K₂O	1.33 ± 0.12	1.34 ± 0.12	1.34 ± 0.12	1.91 ± 0.11	1.71 ± 0.19	1.65 ± 0.14
CaO	3.19 ± 0.51	3.82 ± 0.32	3.51 ± 0.42	2.67 ± 0.09	3.23 ± 0.2	3.14 ± 0.24
Fe₂O₃	1.34 ± 0.68	1.24 ± 0.18	1.29 ± 0.43	0.68 ± 0.07	0.75 ± 0.13	0.91 ± 0.21
CoO	nd	nd	nd	nd	nd	nd
SnO₂	11.17 ± 2.63	9.24 ± 2.86	10.21 ± 3.25	9.32 ± 1.23	7.27 ± 0.94	8.93 ± 1.81
PbO	17.03 ± 0.98	17.35 ± 1.11	17.19 ± 1.05	23.23 ± 0.64	19.24 ± 0.81	19.89 ± 0.83

F : face ; Op : opaque ; Transp : transparente Non détectés : P_2O_5 , SO_3 , TiO_2 , MnO

Tableau n 14: Les glaçures sont qualitativement identiques, hormis la présence ou non des chromogènes spécifiques à chaque teinte (opaque blanche, transparente légèrement teintée de jaune, bleue). Le chlore présent en traces est probablement un produit d'altération.

c/ Comparaison entre glaçures opaques blanches d'usage et de parement : ces glaçures sont **qualitativement identiques**, la seule **différence** notable étant la teneur en **plomb** variable et plus faible pour les glaçures des céramiques d'usage. Ceci tendrait à indiquer l'emploi de plusieurs recettes de mélanges glaçurants ce qui n'est guère étonnant, la production de lustre métallique de Kashan ayant duré au moins deux siècles.

Note : une moyennisation des valeurs n'a pas été effectuée, la représentation graphique se suffisant à elle-même.

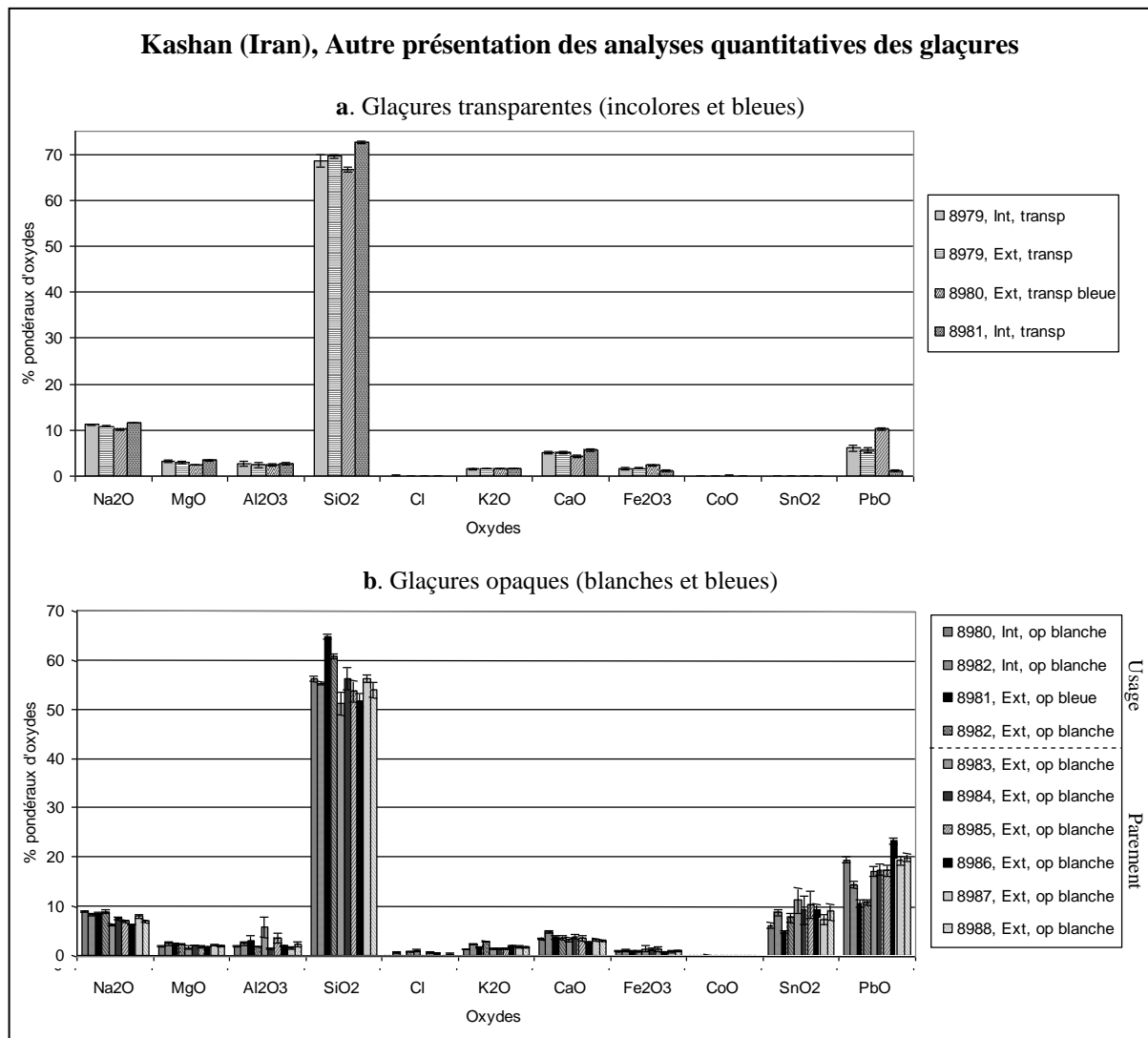


Figure n 48: a. Les glaçures transparentes sont de composition proches, hormis l'incolore du BDX 8981 qui est pauvre en plomb. Le plomb n'étant pas nécessaire, seuls des alcalins que les artisans pouvaient se procurer facilement (natron, cendres de plantes) étaient employés.

b. Les glaçures opaques blanches sont qualitativement identiques, mais présentent des variations de la teneur en plomb entre céramique d'usage (14 %) ou de parement (18 %).

6.3.IV. Comparaison avec le traité d'Abu'l Qasem al Kashani (1301 ap J.C.)

Abu'l Qasem mentionne dans son traité (Allan, 1973 ; Rouhfar, 2004) l'emploi d'une **fritte à base de quartz/plomb/étain** qui sert à confectionner toutes les glaçures employées dans l'atelier de céramique à décor de lustre métallique qu'il décrit. Les fondants alcalins sensibles à l'humidité, les stabilisants et les colorants, étaient ajoutés au moment de la

fabrication de la glaçure. Cette technique permettait d'avoir toujours une base vitreuse d'avance et de ne pas altérer les composants fragiles à l'humidité ou à la lumière (photosensibles). Les teneurs en plomb/étain peuvent ainsi varier d'une cuisson de fritte à l'autre, les quantités n'étant jamais tout à fait les mêmes à quelques grammes près (utilisation de mesures pour les matériaux courants, de poids pour les coûteux).

En résumé,

Les glaçures des céramiques d'usage comme de parement sont des verres alcalino-plombifères dont les teneurs varient selon la fonction de l'objet. De couleurs variées (transparentes, opaques, blanches, bleues), elles ont toutes une texture compacte avec relativement peu de bulles et d'inclusions, qui indique que la température de cuisson été élevée pour permettre à tous les éléments d'entrer en fusion. L'interface terre cuite/glaçure ne comporte pas cristaux de néoformation, ce qui signifie qu'elles ont été posées sur des frites préalablement chauffées. Bien que de qualité ces glaçures présentent des tressaillures et quelques dégradations qui altèrent parfois notre perception du décor de lustre métallique.

6.4. Le décor de lustre métallique

6.4. I. Observation préliminaire des décors

La plupart des échantillons ont en réflexion diffuse, un décor qui semble en bon état de conservation. En **réflexion spéculaire**, des **défauts** dus à des **dégradations** apparaissent, altérant la perception que l'on a du lustre métallique : couleur et intensité de l'éclat métallique (fig 49).

L'observation en réflexion spéculaire, permet ainsi d'étudier l'aspect de la glaçure et son influence sur le décor, celui-ci étant généralement situé sous une couche de verre transparent d'une dizaine à une centaine de nanomètres d'épaisseur.



Figure n 49 : a. La surface de la glaçure est « grêlée » de picots et de desquamations millimétriques qui donnent un aspect « peau d'orange » au décor observé à la réflexion spéculaire.

b. De nombreuses griffures altèrent l'intégrité du décor, ce qui rend certaines zones difficilement lisibles (couleur, motif).

6.4.II. Couleurs des décors

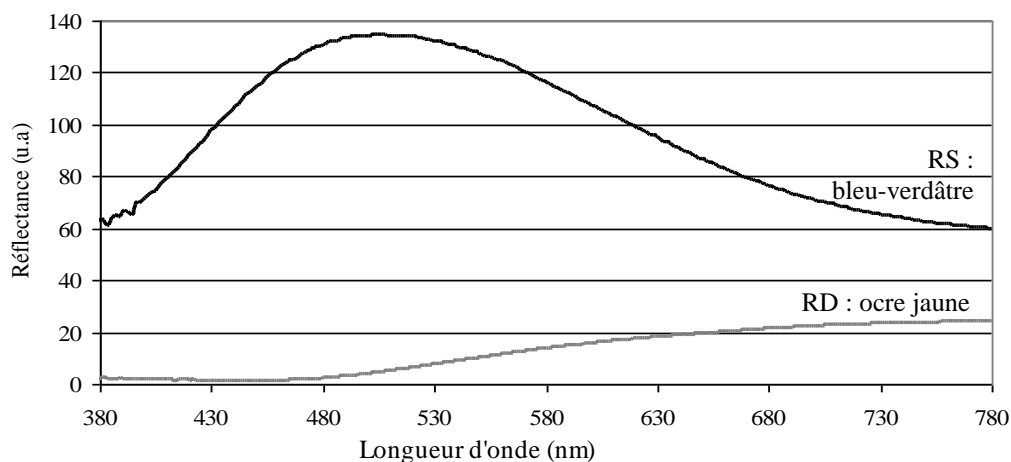
Les résultats relatifs aux couleurs des glaçures ont été obtenus par spectroradiométrie. Les mesures ont été effectuées en privilégiant les zones de glaçure visuellement saines de toute altération.

a/ *Céramiques d'usage* : Les décors en réflexion **diffuse** ont tous une teinte perçue **brune** qui varie d'un échantillon, voire d'une face à l'autre (brun-rougeâtre, ocre jaune, brun foncé). La teinte mesurée correspond à un domaine allant du **jaune au rouge orangé** (λ : 578 à 603 nm) (tableau 15). La pureté d'excitation et la luminosité des teintes varient aussi selon l'échantillon, mais elles sont généralement faibles, ce qui correspond à des couleurs légèrement sombres (tableau 15).

Les reflets métalliques les plus couramment observés ont une teinte **orange** (λ : 588 à 594 nm), **orange-rougeâtre** (λ : 606 nm) ou **rouge pourpré** (λ : c503 nm). Leur faible pureté d'excitation (P_e : 9.4 à 24 %) et leur **forte réflectance** (L^* : 88.33 à 219.4 %) en font des couleurs claires et lumineuses (tableau 15). Cette forte intensité est caractéristique des décors de lustre métallique. Le fait que L^* soit parfois supérieur à 100 car l'étalonnage a été fait avec un blanc référence mate qui renvoie moins de lumière que le reflet de lustre métallique (tableau 15, fig 51).

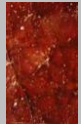



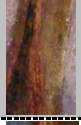

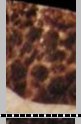
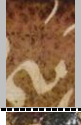


b/ *Céramiques de parement* : Les décors en réflexion **diffuse** perçus comme **bruns** (brun rougeâtre, brun rouge, brun foncé, ocre jaune, brun clair), ont été mesurés dans un domaine allant du **jaune** à l'**orange** (λ : 576 à 603 nm) (tableau 16). Leur pureté d'excitation et leur luminosité varient selon les échantillons, qui peuvent avoir une teinte **claire** (échantillons BDX 8984, 8986, 8988) ou plus **sombre** (échantillons BDX 8983, 8985 et 8987) (tableau 16).

Les reflets métalliques les plus couramment observés ont une teinte : **jaune à jaune-orangé** (λ : 576 à 582 nm) ; **bleue à bleu-verdâtre** (λ : 466 à 483 nm) ; **vert-jaune à jaune** (λ : 564 à 576 nm) ou **rouge pourpré** (λ : c509 à c524 nm). Leur faible pureté d'excitation (P_e : 5.14 à 22.85 %) et leur **forte réflectance** (L^* : 100.6 à 203.1 %) en font des couleurs claires et lumineuses (tableau 16, fig 50). Les constatations effectuées sur les céramiques d'usage, sont aussi valables pour la réflectance de ces échantillons. Cette forte intensité lumineuse indique que la glaçure et le décor des zones de décor observées sont en bon état (tableau 16, fig 51).



RD : réflexion diffuse ; RS : réflexion spéculaire

Figure n 50 : Kashan (Perse), Spectres de réflectance du décor ocre jaune en réflexion diffuse et du reflet bleu-verdâtre associé de l'échantillon BDX 8984. Le changement de teinte et l'augmentation d'intensité sont caractéristiques des décors de lustre métallique.

Kashan (Perse)												
Coordonnées chromatiques des décors de lustre métallique des céramiques d'usage												
BDX	Face	Teinte (visuelle)	Zone étudiée	Teinte (mesurée)	λ (nm)	Pe	Coordonnées Yxy			Coordonnées L*a*b*		
							Y	x	y	L*	a*	b*
8979	RD	Brun rougeâtre		Rouge orangé	603	53.58	1.703	0.48	0.34	13.84	18.15	67.33
	RS	Jaune doré	Trop faible	Orange	593	23.98	83.6	0.37	0.34	93.28	22.31	19.56
8980	RD	Ocre jaune		Jaune	578	52.44	25.81	0.41	0.41	57.85	3.81	35.43
	RS	Rose		Rouge pourpré	c503	12.67	412.6	0.33	0.30	170.1	38.98	-6.71
	RS	Orange		Orange	588	24.21	836	0.37	0.35	219.4	34.8	45.04
8981	RD	Brun		Jaune-orange	580	24.6	5.215	0.36	0.36	27.34	2.10	9.18
	RS	Orange cuivré		Orange	590	37.43	121.7	0.41	0.36	107.8	30.93	37.11
8982	RD	Brun sombre		Orange	588	29.41	6.75	0.38	0.36	31.23	8.24	11.12
	RD	Brun		Jaune-orange	582	28.24	18.92	0.37	0.37	50.6	5.55	15.96
	RS	Jaune doré		Orange	594	9.4	72.76	0.33	0.33	88.33	9.40	6.96
	RS	Rose		Orange-rougeâtre	606	12.58	355.4	0.35	0.33	161	31.55	13.92

RD : réflexion diffuse – RS : réflexion spéculaire – ND : non détecté – c : longueur d'onde secondaire
Trop faible : reflet métallique d'intensité trop faible pour pouvoir être photographié

Tableau n 15 : Les décors en réflexion diffuse comme spéculaire se trouvent principalement dans le domaine allant de jaune à rougeâtre pour les décors des céramiques d'usage de Kashan. Dans ce cas, l'écart spectral moyen entre couleurs en réflexion diffuse et spéculaire est d'environ 10 nanomètres.

Kashan (Perse)												
Coordonnées chromatiques des décors de lustre métallique des céramiques de parement												
BDX	Face	Teinte (visuelle)	Zone étudiée	Teinte (mesurée)	λ (nm)	Pe	Coordonnées Yxy			Coordonnées L*a*b*		
							Y	x	y	L*	a*	b*
8983	RD	Brun rougeâtre		Orange	597	23.8	9.219	0.38	0.34	36.4	12.63	9.016
	RS	Pourpre		Rouge-pourpre	c524	22.85	674.1	0.33	0.27	203.1	74.54	-31.8
	RS	Bleu		Bleu	466	13.37	779.4	0.28	0.29	214	14.62	-39.3
	RS	Vert		Vert-jaune	564	5.14	615.6	0.31	0.34	196.6	-8.24	11.22
8984	RD	Ocre jaune		Jaune	579	48.25	27.07	0.40	0.40	59.04	5.53	32.5
	RS	Bleu vert		Bleu-verdâtre	483	19.82	258.9	0.26	0.29	143.3	-13.2	-28.3
	RS	Bleu violet		Bleu	470	19.96	155.7	0.27	0.27	118.5	9.79	-33.7
	RS	Orange		Rouge-pourpre	c509	2.35	101.5	0.31	0.32	100.6	4.137	-1.14
8985	RD	Brun foncé		Orange	589	27.93	5.903	0.38	0.35	29.17	8.40	9.84
	RS	Vert		Jaune	576	2.64	185.6	0.31	0.331	126.5	-0.13	3.38
	RS	Orange		Jaune-orange	581	12.5	228.8	0.33	0.35	136.9	5.59	15.9
8986	RD	Brun clair		Jaune	576	43.42	30.72	0.38	0.40	62.27	-0.65	31.11
	RS	Doré		Jaune	577	10.53	265.8	0.33	0.34	144.7	0.11	15.06
8987	RD	Brun rouge		Orange	585	43.08	7.36	0.41	0.38	32.63	9.37	17.59
	RS	Doré		Jaune-orange	582	37.91	164.8	0.39	0.38	121	16.02	44.41
8988	RD	Ocre jaune		Jaune	579	40.41	20.26	0.39	0.40	52.13	3.27	24.56
	RS						ND					

RD : réflexion diffuse – RS : réflexion spéculaire – ND : non détecté – c : longueur d'onde secondaire
Trop faible : reflet métallique d'intensité trop faible pour pouvoir être photographié

Tableau n 16 : Le décor jaune à rouge-orangé en réflexion diffuse, présente une palette de reflets (jaunes, bleus, verts ou rouge pourpre) beaucoup plus étendue que celle des céramiques de parement.

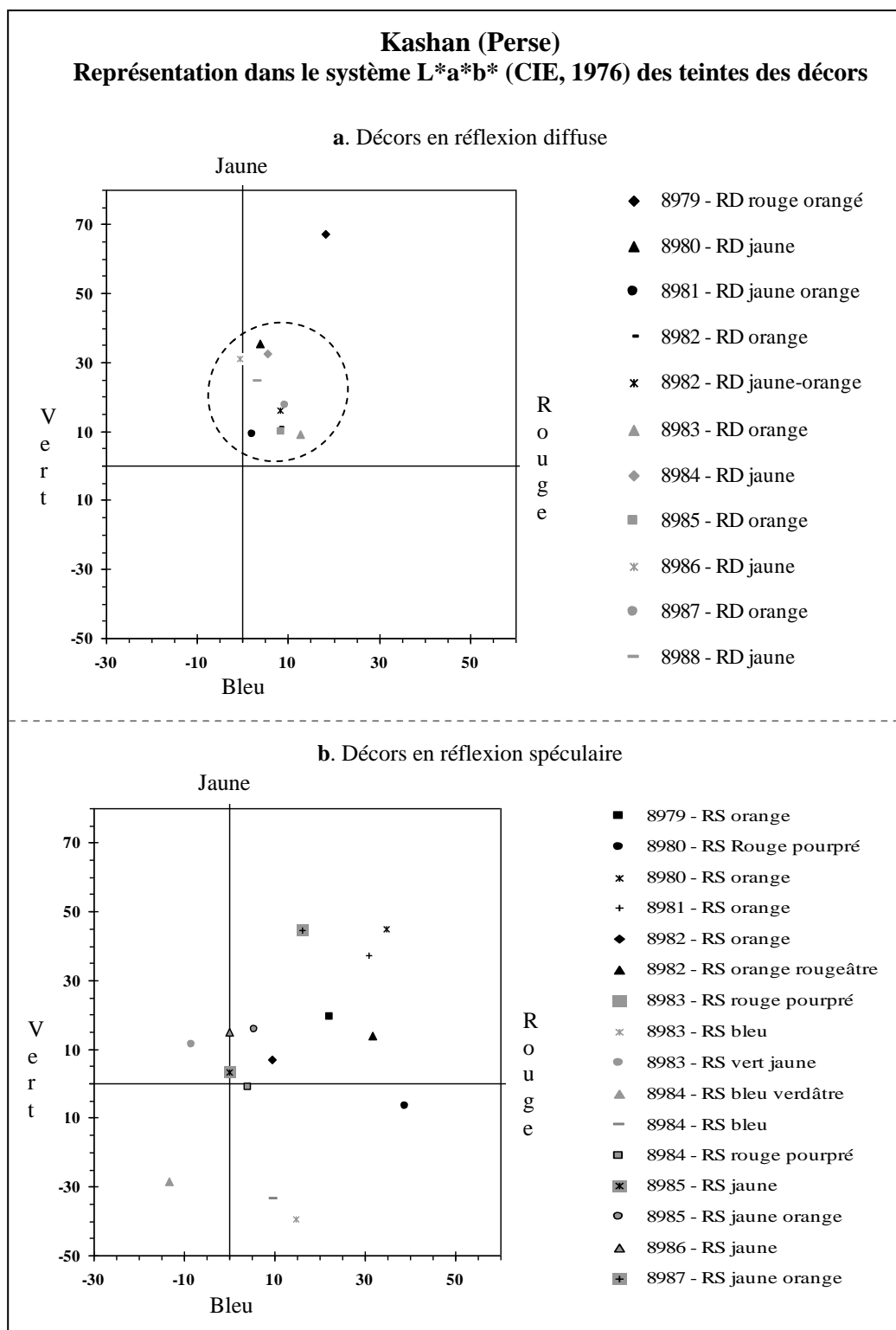


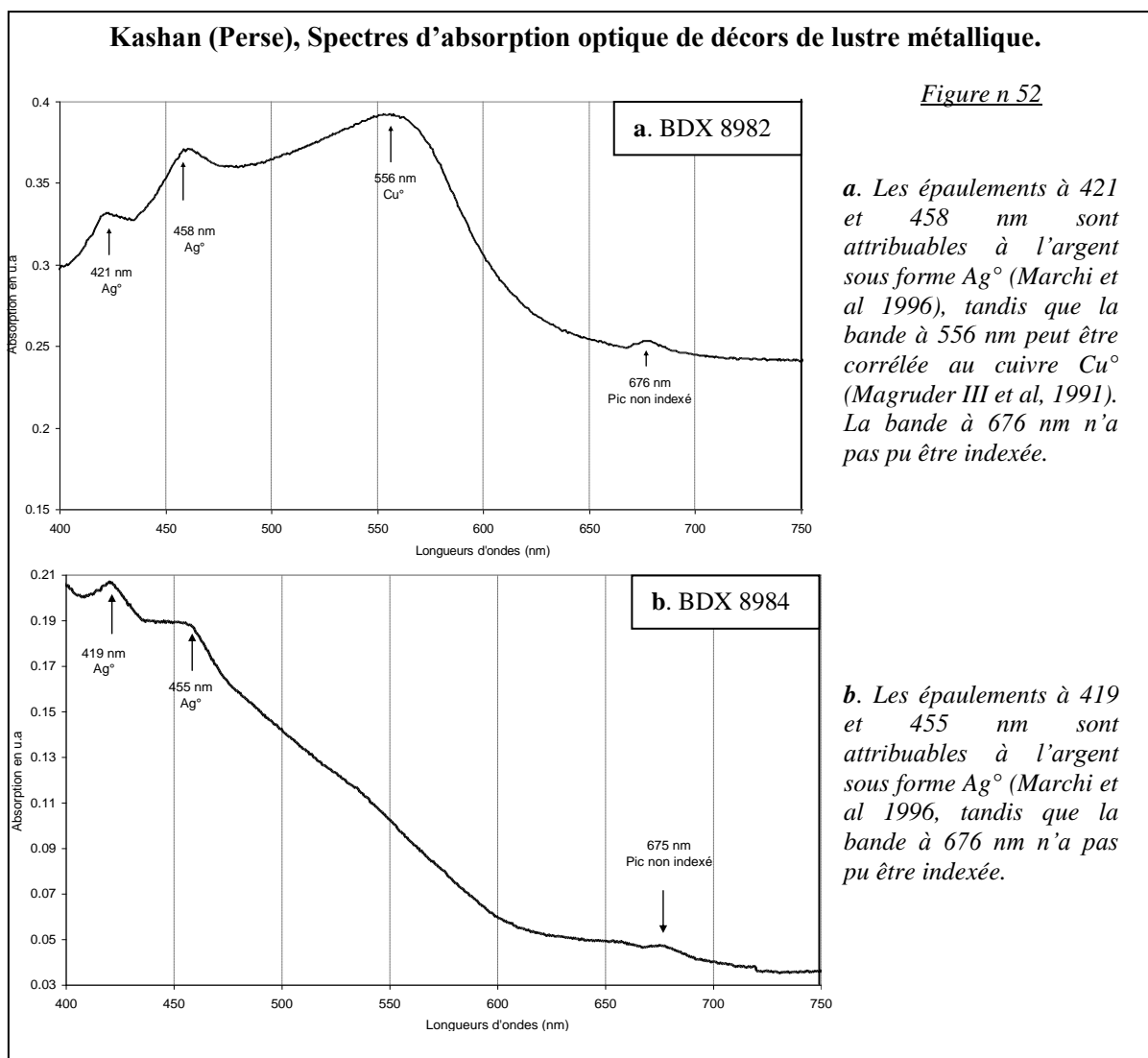
Figure n 51 : a. Les décors en réflexion diffuse se trouvent tous dans le quart jaune-rouge, qu'il s'agisse des céramiques d'usage ou de parement. La gamme de teintes très limitée suggère l'emploi d'un même type de mélange lustrant pour tous les fragments.

b. Les reflets métalliques des céramiques d'usage sont tous dans le quart jaune/orange (motifs noirs), tandis que les décors des céramiques de parement se trouvent dans tous les quarts, avec une majorité dans le jaune-rouge (motifs gris et gris/noir). Cette diversité de reflets métalliques, qui ne semble pas liée à la teinte du décor en réflexion diffuse, pourrait être une conséquence de l'existence de particules métalliques de dimensions différentes, selon les fragments et les zones décorées.

6.4.III. Nature et composition élémentaire du décor de lustre métallique

L'analyse élémentaire des décors des échantillons a été effectuée par fluorescence de rayons X sur des surfaces saines. Cinq à dix zones de $521 \times 784 \mu\text{m}^2$ ont été considérées pour chaque échantillon. Pour permettre des comparaisons entre les métaux, les teneurs ne sont plus exprimées en oxydes mais en atomes (pourcentages atomiques) (Bobin, 2001 ; Bobin, 2003).

a/ *Identité des chromogènes en spectrométrie d'absorption optique* : Ces décors se composent d'argent et de cuivre sous forme Ag° et Cu° (fig 52a). On note toutefois sur certains spectres l'absence de l'un ou l'autre des deux métaux, qui est peut être due à la faible teneur en métaux (fig 52b), celle-ci étant d'environ 0.70 % atomiques pour cuivre et argent (tableau 17) ou bien à la répartition des colloïdes dans l'épaisseur du décor et de la glaçure.



b/ *Analyse élémentaire par fluorescence de rayons X* : Elle confirme que tous les décors de lustre métallique anciens observés jusque là, contiennent du **cuivre** et de l'**argent** (tableau 17). Ils sont composés d'une **majorité** de **cuivre** ([Cu] : 80 %) et d'une faible part d'argent ([Ag] : 20 %) (tableau 17, fig 53). On n'observe **aucune distinction** entre la composition des décors de lustre métallique des céramiques d'usage et celles de parement, les

rapports et teneurs étant sensiblement identiques. Peut-être que les mêmes ateliers produisaient ou/et décoraient ces deux types d'objets, le support du décor étant identique.

BDX	[Cu]	[Ag]	Cu/(Cu + Ag)	Ag/(Cu + Ag)
8979 (usage)	0.88 ± 0.08	0.06 ± 0.01	93.62 ± 1.48	6.38 ± 1.48
8980 (usage)	0.66 ± 0.06	0.07 ± 0.02	90.41 ± 1.23	9.59 ± 1.23
8981 (usage)	1.07 ± 0.09	0.15 ± 0.03	87.70 ± 0.88	12.30 ± 0.88
8982 (usage)	0.51 ± 0.07	0.13 ± 0.02	79.69 ± 1.04	20.31 ± 1.04
8983 (parement)	0.94 ± 0.12	0.16 ± 0.04	85.45 ± 1.65	14.55 ± 1.65
8984 (parement)	0.47 ± 0.03	0.01 ± 0	87.04 ± 1.54	12.96 ± 1.54
8985 (parement)	0.47 ± 0.07	0.11 ± 0.01	81.03 ± 2.56	18.97 ± 2.56
8986 (parement)	0.43 ± 0.08	0.09 ± 0.02	82.69 ± 2.10	17.31 ± 2.10
8987 (parement)	0.45 ± 0.04	0.11 ± 0.03	80.36 ± 1.97	19.64 ± 1.97
8988 (parement)	0.30 ± 0.08	0.08 ± 0.01	78.95 ± 2.49	21.05 ± 2.49

Tableau n 17 : Kashan (Perse), Dosage des chromogènes (% atomiques) des décors de lustre métallique. Ces décors sont composés très majoritairement de cuivre.

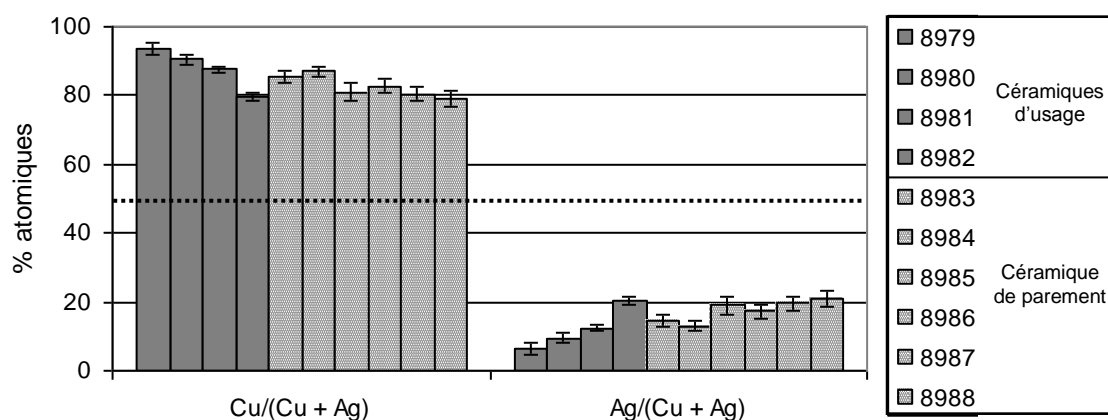


Figure n 53 : Kashan (Perse), Autre représentation de la composition (% atomiques) des décors de lustre métallique. Les rapports Cu/Ag sont voisins entre céramiques d'usage et de parement.

6.4.IV. Comparaison avec le traité d'Abu'l Qasem al Kashani (1301 ap J.C.)

Prendre un man et demi de réalgar et d'orpiment, un man de marcassite dorée et argentée, un batman de vitriol jaune et un quart [d'une pièce] de cuivre grillé, les broyer et en faire une pâte. Un quart de ce mélange est mélangé à six dirhams d'argent pur, grillé avec du soufre et moulu sur une pierre pendant 24 heures jusqu'à ce que ce soit extrêmement fin [...].

Certains ajoutent du minium et du vert de gris à cette préparation. En fait, l'hématite avec l'argent grillé donnent le même résultat. [...].

Extrait du paragraphe 27 du traité d'Abu'l Qasem (Allan, 1973).

Les deux recettes présentées par **Abu'l Qasem** dans son traité, se composent d'une **majorité d'argent** (Allan, 1973 ; Rouhfar, 2004). Le traité est donc en **contradiction** avec les **résultats** obtenus dans cette étude, ainsi que d'autres résultats obtenus au laboratoire (Chabanne, 2005), pour lesquels le **cuivre** est l'élément majoritaire dans les décors de lustre métallique de Perse.

Cette différence pourrait provenir de **recettes distinctes**, chaque atelier ayant probablement la ou les siennes. Il ne faut pas non plus négliger le facteur temporel, la production dite de Kashan, s'étalant sur plusieurs siècles.

En résumé,

Les décors de lustre métallique composés d'une majorité de cuivre et d'une faible part d'argent, ont une couleur brune (claire ou foncée) en réflexion diffuse pour les céramiques d'usage comme de parement. Une différence existe toutefois au niveau des reflets métallique, la gamme de teinte étant plus étendue pour les céramiques de parement que pour les céramiques d'usage. Ces décors sont issus de recettes différentes de celles proposées par Abu'l Qasem dans son traité, ce qui peut indiquer des ateliers, une commande ou encore des époques différentes entre rédaction de l'ouvrage et réalisation des objets étudiés.

6.5. Les décors turquoises ou bleus

Les céramiques glaçurées à décor de lustre métallique, mises au jour en Perse, comportent souvent des décors de couleur **bleue** ou **turquoise**, présents sous formes de bandes ou de zones circulaires (Watson, 1985; Grube, 1995; Mason, 2004).

6.5.I. Couleurs des décors

Les résultats relatifs aux couleurs des décors ont été obtenus par spectroradiométrie. Les mesures ont été effectuées en privilégiant les zones visuellement saines de toute altération.

a/ Céramique d'usage : Ce décor se situe dans le domaine **vert-jaunâtre** (λ : 559 nm) et est de luminosité moyenne (Pe : 5.96 % et L* : 48.73). On observe l'utilisation de rehauts bleus sur la face interne de l'échantillon BDX 8982, sous forme de **bandes bleues** plus ou moins saturées. Ces zones bleues servaient peut être à mettre en valeur le centre de l'objet, orné d'un décor de lustre métallique.

b/ Céramique de parement : on observe de petites zones de couleur turquoise ou bleue.

- Le décor turquoise couvre les domaines du **vert-bleuté** (λ : 492 nm), du **vert** (λ : 513 à 520 nm) et du **vert-jaunâtre** (λ : 566 nm). La pureté d'excitation faible et la luminosité moyenne indiquent qu'il s'agit de décors relativement clairs (Pe : 4.9 à 16.32 % et L* : 48.73 à 62.56 %). Ce décor permet de mettre en avant soit la forme de l'objet (BDX 8983, 8984), soit le décor de lustre métallique (BDX 8986, 8987, 8988).

- Le décor **bleu** (λ : 472 à 476 nm) (tableau 18) est peu saturé et de luminosité moyenne (Pe : 13.53 et 15.11 et L* : 40.03 et 42.59). Seul le décor de l'échantillon BDX 8988 est **vert-jaune**. Le bleu de ces décors contraste avec la glaçure blanche et le décor de lustre métallique, faisant ressortir les calligraphies en relief. Les fines bandes bleues des fragments BDX 8983 et 8984 devaient pour leur part, servir à mettre en avant la forme du carreau ou/et le motif central réalisé avec un décor de lustre métallique, comme c'est le cas pour les céramiques d'usage.

c/ Pourquoi l'emploi de bleu et de turquoise ? L'origine de ces rajouts vient peut-être d'une volonté des artisans de **compenser** la difficulté d'obtention des **reflets métalliques bleus** ou verts observés, les couleurs dominantes étant dans le **jaune-rouge**. Il ne faut pas

oublier que les premiers décors de lustre métallique des IX-X^{ème} s ap J.C., généralement polychromes, provenaient de Mésopotamie, dont la Perse était une composante (notamment Suse) (Chabanne, 2005). Cet emploi peut aussi provenir d'une volonté d'**imiter** les décors bleus des **porcelaines** chinoises, qui parvenaient dans la région en petites quantités, notamment sous forme de cadeaux aux « puissants ».









Kashan (Perse), Coordonnées chromatiques des décors turquoise et bleus											
BDX	Teinte (visuelle)	Zone étudiée	Teinte (mesurée)	λ (nm)	Pe	Coordonnées Yxy			Coordonnées L*a*b*		
						Y	x	y	L*	a*	b*
8982	Zone bleue		Vert-jaunâtre	559	5.96	17.37	0.32	0.35	48.73	-3.95	4.18
8983	Zone turquoise		Vert-jaunâtre	536	4.9	27.49	0.31	0.35	59.42	-8.76	4.759
8984	Zone turquoise		Vert	520	6.69	20.28	0.297	0.36	52.16	-14.37	5.646
8986	Zone turquoise		Vert-bleuté	492	16.02	21.7	0.27	0.33	53.7	-15.74	-4.075
	Zone bleue		Bleu	472	15.11	12.88	0.28	0.28	42.59	2.351	-10.73
8987	Zone bleue		Bleu	476	13.53	11.27	0.28	0.30	40.03	0.76	-8.61
8988	Zone turquoise		Vert	514	16.32	31.06	0.30	0.35	62.56	-11.75	3.96
	Zone bleue		Vert-jaune	566	1.25	17.8	0.314	0.33	49.26	-0.49	0.82

Tableau n 18: Kashan (Perse), Coordonnées chromatiques des décors de couleur turquoise ou bleue des échantillons. Ces décors perçus visuellement bleus sont souvent mesurés dans le vert jaunâtre ou le bleuté.

6.5.II. Composition élémentaire des décors turquoise ou bleus

L'analyse élémentaire des glaçures a été effectuée par fluorescence de rayons X sur section polie perpendiculaire à la surface. Cinq zones de $108 \times 88 \mu\text{m}^2$ ont été considérées pour chaque échantillon.

a/ *Décors turquoise* : ils se composent de **cuivre** Cu^{2+} (fig 54) pour une teneur moyenne de 0.97 ± 0.10 % de Cu_2O (valeur conventionnellement exprimée en oxydes). Cette teneur varie selon la saturation du décor, atteignant au maximum 3.19 ± 0.24 % (Cu_2O) pour les zones les plus saturées de l'échantillon BDX 8986 (Pe : 40 %).

b/ *Décors bleus* : ils sont composés de **cobalt** Co^{2+} (fig 55) dont la teneur moyenne est de 0.32 ± 0.05 % de CoO (valeur conventionnellement exprimée en oxydes). Cette teneur en cobalt, bien que semblant faible, est pourtant largement suffisante pour donner une teinte saturée à un bleu, le pouvoir colorant du Co^{2+} étant très important (Ben Amara, 2002).

Kashan (Perse), Spectre d'absorption optique du décor turquoise de l'échantillon BDX 8988

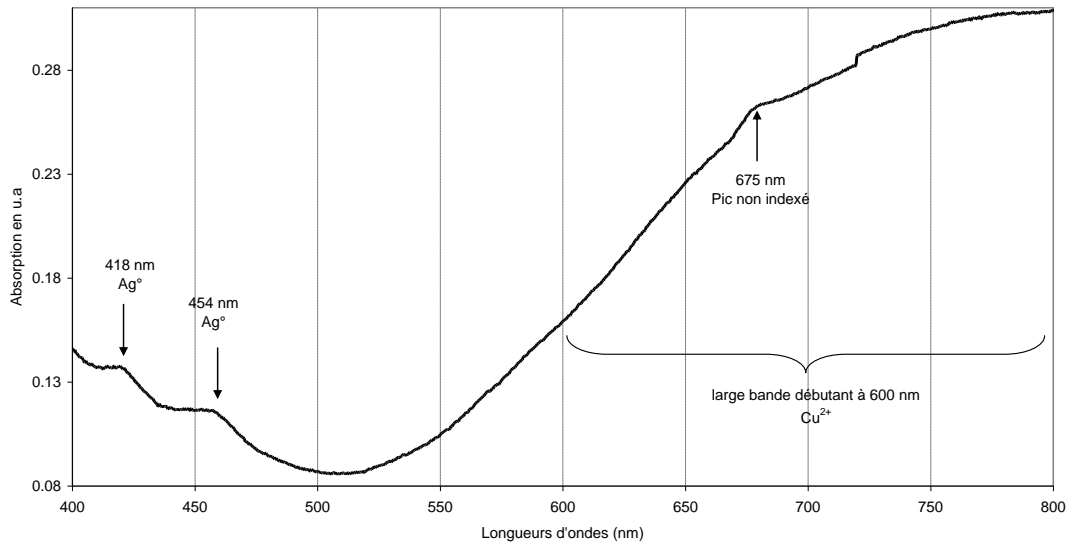


Figure n 54 : Le décor est composé de cuivre Cu^{2+} , caractérisé par une large bande d'absorption commençant à 600 nm (Edwards et al, 1972). La présence d' Ag° est liée à la superposition du décor turquoise avec un trait de décor de lustre métallique. La présence de Cu° n'est pas visible ou masquée par la large bande d'absorption de Cu^{2+} .

Kashan (Perse), Spectre d'absorption optique du décor bleu de l'échantillon BDX 8984.

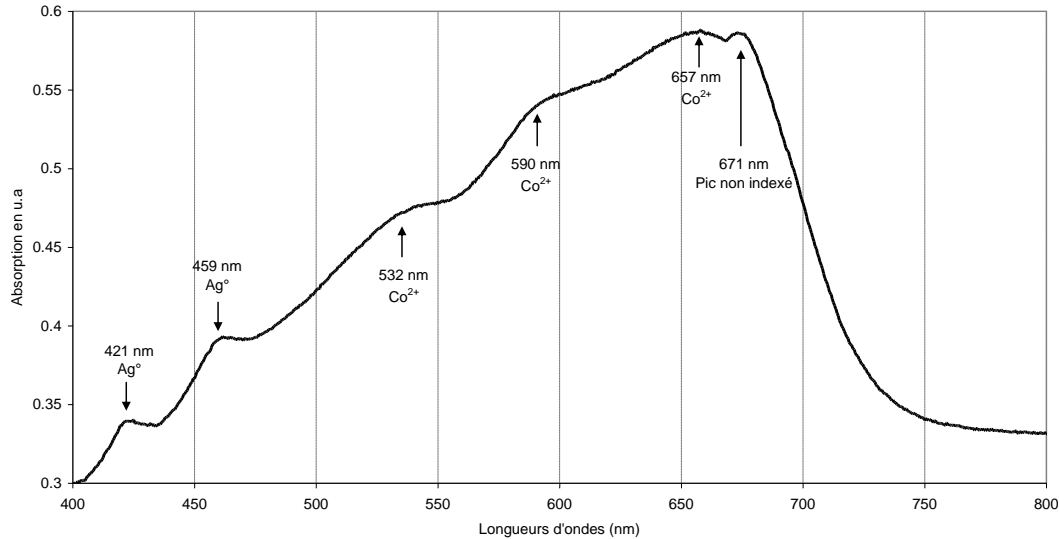


Figure n 55 : Le décor est composé de cobalt Co^{2+} avec des pics d'absorption caractéristiques à 532, 590 et 667 nm. La présence d' Ag° est liée à la superposition du décor bleu avec un trait de décor de lustre métallique. La présence de Cu° est masquée par les bandes du cobalt toujours très intenses.

En résumé,

Les carreaux de parement examinés associent au reflet métallique qui apparaît au niveau des éléments bruns/rouges des décors, d'autres éléments que l'on ne perçoit qu'en réflexion diffuse (aucun reflet) et qui, par leur couleur bleue sont destinés à même en valeur le lustre métallique.

7. Bilan succinct sur la production de Kashan (XIII-XIV^{ème} s ap J.C.)

En Perse, à Kashan, en accord avec le traité d'Abu'l Qasem al Kashani, les supports céramiques sont systématiquement des frites et les glaçures alcalino-plombifères. Des différences quantitatives relativement faibles existent entre céramiques glaçurées d'usage et de parement, ce qui peut étonner étant donné que ces objets n'ont probablement pas été fabriqués simultanément, ni par le même atelier. Cela laisserait penser qu'il y avait une transmission des savoir-faire et une recette traditionnelle –régionale-, qui donne une certaine unité à la production de Kashan

Les caractéristiques les plus marquantes de ces fragments, sont celles du décor de lustre métallique composé d'une majorité de cuivre. Brun en réflexion diffuse, il présente en réflexion spéculaire une large palette de teintes de reflets, ce qui n'est pas le cas de toutes les productions anciennes (Syrie, Espagne).

La finesse et le nombre élevé de motifs, notamment anthropomorphes et calligraphiés, témoignent du raffinement de la culture Ilkhanide. Considérés par beaucoup de peuples comme des « barbares », les descendants de Gengis Khan, ont pourtant su transformer la Perse, créant de grands centres culturels, scientifiques et littéraires comme la ville de Tabriz au Nord Ouest de Téhéran. C'est dans ces foyers culturels, que l'empereur Timour (1336-1405 ap J.C.), ira chercher les artisans qui bâtiront et décoreront ses villes, notamment sa ville natale de Shahrīsabz et la cité caravanière de Samarcande, au carrefour des Routes de la Soie...

II. Caractérisation physique du décor de lustre métallique de tessons mis au jour à Jâm (Afghanistan, XIII-XIV^{ème} s. ap. J.C.)

Résumé

Les fragments de céramique glaçurée à décor de lustre mis au jour à Jâm, sont attribués aux XIII-XIV^{ème} s ap J.C. Sur la terre cuite support ont été posées des glaçures opaques blanches riches en plomb et en étain. Le décor brun sombre en réflexion diffuse présente des reflets métalliques orangés ou pourprés. Ces objets possèdent des points communs avec la production de Kashan (XIII-XIV^{ème} s ap J.C.), notamment au niveau stylistique, composition et teinte des décors. On observe cependant des différences, comme le support en terre cuite et non fritté. En cela ils se rapprochent des fragments de carreaux à décor de lustre métallique mis au jour à Shahrisabz (XIV-XV^{ème} s ap J.C.). Étant donné leur faible nombre (3 seulement) les motifs et les caractéristiques physiques des échantillons, ne permettent pas encore de conclure sur une origine en particulier. Des pistes se dessinent néanmoins.

Mots-clés : Afghanistan ; Jâm ; Céramique glaçurée ; Décor de lustre métallique ; Ghoride ; Kashan ; Minaret

Avant-propos

Durant l'expédition Paris-Kaboul organisée par le journal Le Point et notamment l'association « Sciences et Patrimoine » PACT en automne 2003, le Pr Schvoerer a recueilli sur le site archéologique de Jâm en Afghanistan trois fragments de céramiques glaçurées à décor de lustre métallique. Ces pièces proviennent d'un ramassage de surface et non de fouilles, le site ayant été ravagé par des pillards (Schvoerer, 2004). Par recoupements, on estime que ces fragments datent des XIII-XIV^{ème} s ap.

S'il y a eu production de décors de lustres métalliques sur céramique glaçurée en Afghanistan, celle-ci n'est pas connue à l'heure actuelle. Située sur un axe des Routes de la Soie, Jâm était un lieu de passage et de commerce, où de nombreuses productions ont dû transiter, notamment les lustres de Kashan. Caractériser ces fragments permettra peut-être de les relier à une production (locale ou importée) et dans tous les cas, d'enrichir notre base de données et notre connaissance de la « Route du Lustre ».

1. Problématique

Peut-on déterminer l'origine de ces fragments de céramique glaçurée d'usage à décor de lustre métallique mis au jour à Jâm ? Peut-on les attribuer à une production locale ou à une importation venue par les Routes de la Soie, notamment celle de Kashan avec laquelle les objets ont des ressemblances stylistiques ?

2. Etat des connaissances

Jâm se situe à environ 200 kilomètres à l'Est de **Hérât**, au Nord Ouest de l'**Afghanistan** actuel, dans un paysage montagneux à la confluence de deux rivières (Schvoerer, 2004). Le site, très difficile d'accès (1900 m d'altitude, peu de routes) est connu pour son minaret construit sous la dynastie **Ghoride*** entre 1174-1175 ap J.C. (Sourdel-Thomine, 2004). Jâm était sur l'un des axes des Routes de la Soie, qui permettait de rejoindre les routes du Nord (par le Turkménistan) et celles du Sud (par le sud de l'Afghanistan) (fig 57).



Figure n 57 : L'Afghanistan et les pays voisins (Iran, Turkménistan, Ouzbékistan, Tadjikistan et Pakistan) (fond de carte : Braxmeir, 2010).

Le minaret de Jâm (fig 58) d'une hauteur de **63 mètres**, est le plus haut du monde après le Qutb Minar de Delhi (72 m). Ce minaret est réalisé en briques de **terre cuite** et décoré d'un unique **bandeau de céramiques glaçurées turquoise opaque** (Sourdel-Thomine, 2004). Le décor est formé par la disposition des briques (pointe, carreaux et boutisse, etc.) en bandeaux, panneaux, bordures, etc. avec des motifs inscrits, floraux, géométriques, etc. (Sourdel-Thomine, 2004).

On note la présence d'un grand nombre d'inscriptions dans le bandeau glaçuré qui donne le nom du commanditaire, ainsi que les 49 panneaux de terre cuite de la partie basse sur lesquels se déroule l'**intégralité** de la **sourate à Maryam**. Caché au milieu de la sourate, se trouve le nom du maître d'œuvre Ali ibn Ibrahim al-Nisaburi, qui venait de Nishapur en Iran (Sourdel-Thomine, 2004). On ne sait pour quelle raison exacte le minaret a été édifié là mais il semble vraisemblable qu'il ait été construit pour célébrer une victoire et pour glorifier Allah (l'Islam n'étant arrivé dans la région qu'un siècle plus tôt) (Sourdel-Thomine, 2004).

Sur les flancs montagneux, de part et d'autre du minaret subsistent les vestiges de fortifications (tours, enceinte, etc.). C'est de trous de pillards qui minent ces vestiges que proviennent les échantillons étudiés. Certains voient dans le site, la cité de Fîrûz-Kuh, capitale d'été des sultans ghorides. Hors, le peu de vestiges découverts, le paysage accidenté, le manque de ressources naturelles et l'isolement fragilisent cette hypothèse, que nous ne pouvons pour autant réfuter étant donné l'absence de fouilles archéologiques (Sourdel-Thomine, 2004).

La vulnérabilité de ce site unique, sa **destruction progressive** (gel, inondations, etc.) et les conflits que connaît le pays, ont poussé l'Unesco à classer en 2002 le site de Jâm (minaret et vestiges archéologiques) sur la Liste du Patrimoine Mondial, malheureusement, simultanément sur la **Liste du Patrimoine Mondial en Périil**.

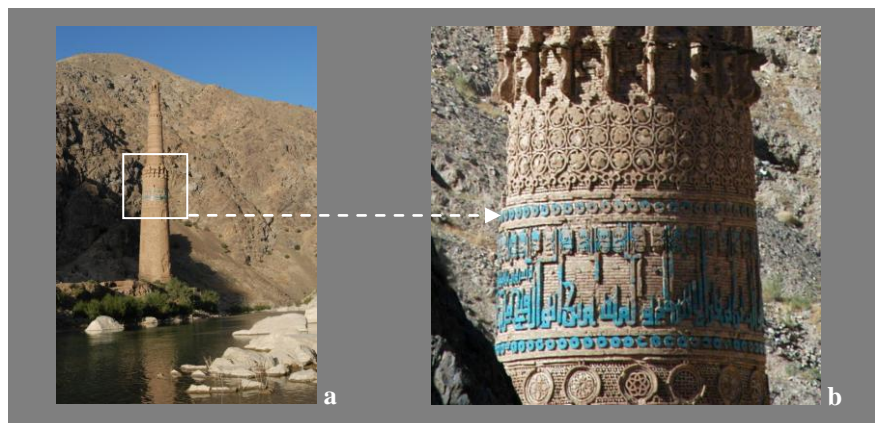


Figure n 58: Minaret de Jâm, Afghanistan. a. Le minaret est placé à la jonction entre deux vallées correspondant aux cours du Hari Rud et du Jâm Rud. A l'arrière plan, les trous de piliers dans les flancs de la montagne. b. Parties hautes du minaret de Jâm décorées de motifs en terre cuite et d'un bandeau de céramique glaçurée bleu turquoise portant le nom du commanditaire (ph : M. Schvoerer, 2003).

3. Objectif

Caractériser ces échantillons de céramiques glaçurées décor de lustre métallique afghans afin de les comparer avec d'autres productions, notamment celle de Kashan qui pourrait indiquer une provenance.

4. Méthodologie

Afin d'appréhender ce matériel dont on ignore a priori s'il est homogène, il importe de considérer séparément les substrats céramiques / glaçures / décors. Pour chaque partie, la complémentarité des méthodes est nécessaire.

Pour le substrat céramique, une étude de la texture (organisation des constituants) a été réalisée par des observations en lumière naturelle et cathodoluminescence, combinées à une étude des compositions élémentaire et cristallographique (diffraction de rayons X sur poudre et fluorescence de rayons X en dispersion d'énergie avec un détecteur couplé à la microscopie électronique à balayage).

La méthodologie mise en œuvre pour l'examen des glaçures est élargie par une mesure objective des couleurs (spectroradiométrie). La composition élémentaire utilise les mêmes méthodes que précédemment.

Quant au décor, sa couleur sera analysée par spectroradiométrie et/ou spectrométrie d'absorption optique. La nature des constituants sera donnée par la fluorescence de rayons X en dispersion d'énergie.

5. Matériel d'étude (fig 56)

La présence de glaçure sur les deux faces des échantillons indique qu'il s'agit de **céramiques d'usage** (vaisselle). Étant donné la faible épaisseur des échantillons et leur forme relativement plane, il est assez difficile de savoir de quel type d'objet ils proviennent : plats creux, bols ou plats évasés, etc.

L'échantillon BDX 8552 : présente un bon état de conservation, malgré la présence de tressaillures* dans les glaçures opaques blanches de chaque face. La face interne est couverte par un décor **brun clair** en réflexion diffuse, ayant des **reflets métalliques dorés** très pâles, plus rarement **roses**. Le décor apparaît en réserve dans la glaçure blanche légèrement teintée de bleu **cobalt** par la diffusion d'un trait de décor bleu. Le motif principal est un cheval dont on devine un étrier, une partie du poitrail et les deux pattes avant dont l'une est relevée, sabot sur la pointe. Il est entouré par un motif d'ocelles sgraffitées*.

La face externe est ornée d'un décor **brun clair** en réflexion diffuse, dont les reflets orange **cuivrés**, plus rarement roses sont aussi très pâles et difficiles à photographier.

Les échantillons BDX 8553 et 8554 : présentent sur les deux faces une glaçure opaque blanche, ornée sur la face interne d'un décor **brun clair** à **reflets métalliques bleus** à **pourpre** et sur la face externe un décor **brun sombre** avec des **reflets métalliques orangés**. Ces décors dessinent des végétaux stylisés et/ou géométriques, au point qu'il est parfois difficile de les différencier (face interne).

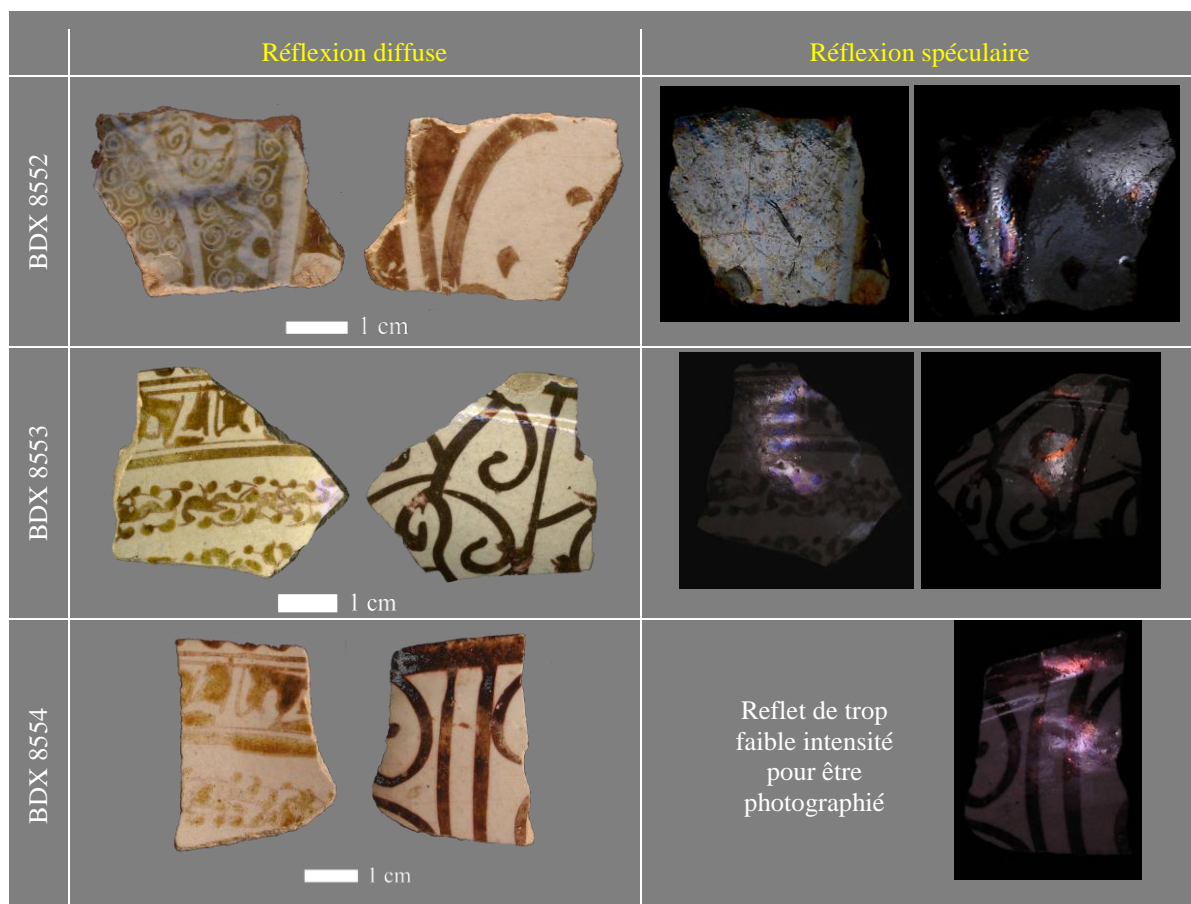


Figure n 56 : Photographies en réflexion diffuse et spéculaire de fragments de céramique glaçurée d'usage à décor de lustre métallique provenant de Jâm (Afghanistan).

6. Approche stylistique

Chacun de ces échantillons présente des **motifs typiques** des lustres Persans dits de **Kashan** (Mason, 2004) :

- Le décor du BDX 8552 présente un motif d'**ocelles** en réserve (fig 59a). Celles-ci ont été incisées dans le décor cru à l'aide d'une pointe sèche ou d'un calame pour faire ressortir la glaçure blanche. La présence d'un trait bleu superposé au décor de lustre métallique est aussi une caractéristique que l'on retrouve sur les lustres iraniens (Chabanne, 2005).

- Les BDX 8553 et 8554 présentent les mêmes motifs caractéristiques : un **bord en croissant** et un **dos de nœuds** (fig 59b et c). Le bord en croissant se retrouve notamment sur le marli (bord plat) des pièces, tandis que le « dos de nœuds » se trouve exclusivement sur la face externe des bols.

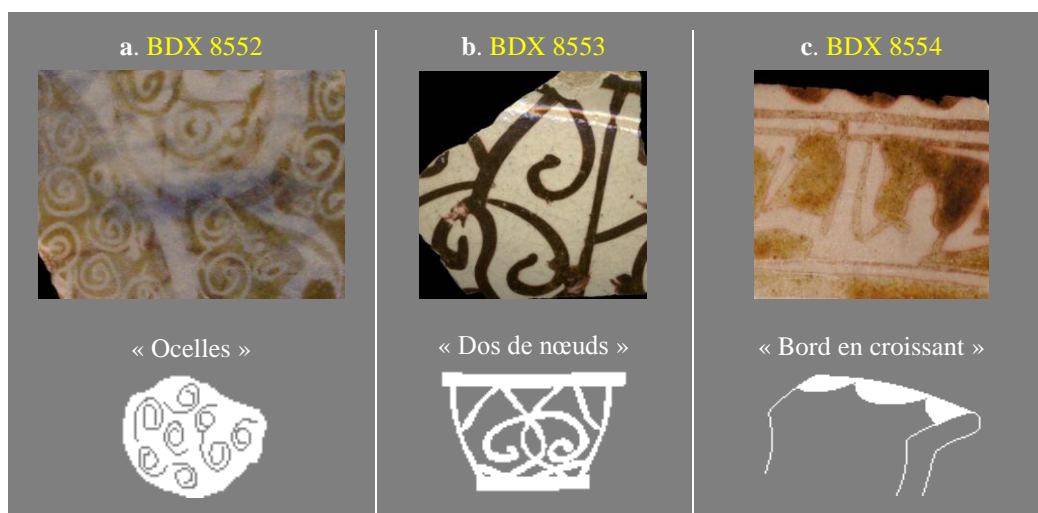


Figure n 59 : Comparaison entre les fragments de céramique glaçurée à décor de lustre métallique de Jâm et des motifs de Kashan (Mason, 2004). Chaque échantillon comportant au moins un motif de la production dite de Kashan, il semblerait que nous puissions les rapprocher stylistiquement de cette « école ».

En résumé

Chaque échantillon comportant au moins un motif de la production dite de Kashan, il semblerait que nous puissions les rapprocher stylistiquement à ce centre de production (Mason, 2004). Si on se base sur la typo-chronologie de Mason, ces objets pourraient avoir été réalisés entre les XII et XIV^{ème} s ap J.C.

7. Résultats expérimentaux et discussion

7.1. État de conservation

Les fragments présentent quelques **tressaillures*** (fig 60a), **picots** (fig 60c), légères **griffures** et petites zones d'**écaillage** de la glaçure (fig 60b,c).

a/ *Défauts* : Les tressaillures et picots sont des **défauts** dus à la conception des objets pour les tressaillures (fig 60a) (différence de coefficient de dilatation entre tesson et glaçure) et au traitement thermique pour les picots (fig 60c) (trop court ou pas assez haut en température) que l'on retrouve fréquemment dans les productions céramiques. Ces défauts sont bien visibles en microscopie, notamment au niveau du décor en réflexion spéculaire.

b/ *Altérations* : Les griffures peuvent être la trace d'une **usure/utilisation** (céramiques d'usage). Elles peuvent aussi provenir de l'**enfouissement** (frottement avec des roches ou d'autres objets) ou bien d'une action des **pilleurs** (coups de pioche), pour qui des fragments n'avaient que peu de valeur. L'écaillage de la glaçure blanche, se confond en réflexion spéculaire avec les picots.

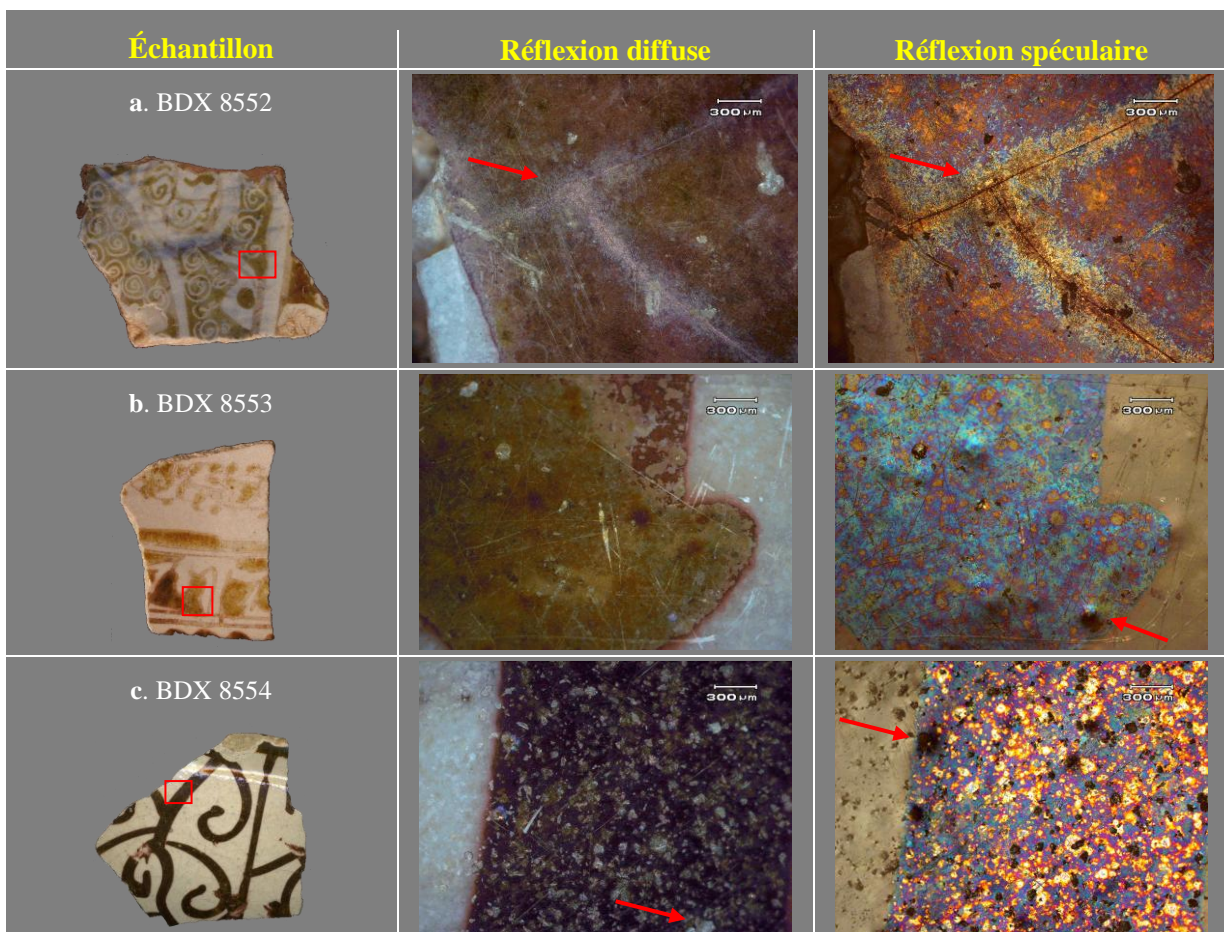


Figure n 60 : Etat de conservation des fragments de céramique glaçurée à décor de lustre métallique de Jâm.
a. Présence de tressaillures qui étaient déjà formées avant la pose du décor, celui-ci-présentent des reflets différents autour des tressaillures, probablement à cause d'une répartition différente des particules métalliques.
b. Des griffures ainsi que la non planéité de la glaçure sont bien visibles au niveau des reflets métalliques.
c. Des picots et écailllements parsèment la glaçure. Les écailllements sont bien visibles en réflexion diffuse, contrairement aux picots, surtout observables en réflexion spéculaire.

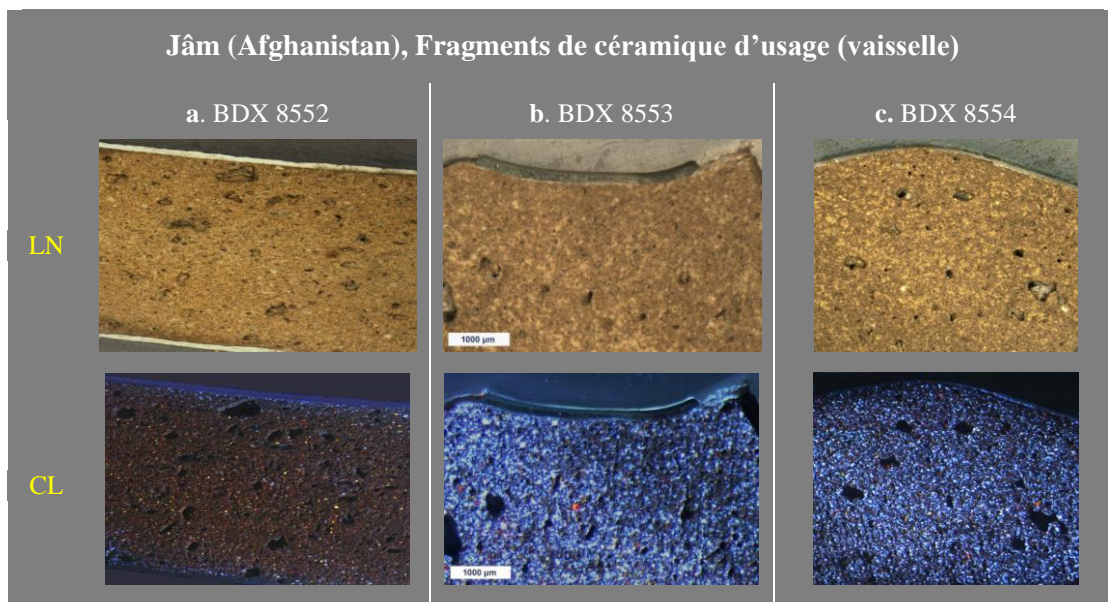
7.2. Le support céramique

7.2.I. Observation de la texture du support céramique (fig 61)

a/ *En lumière naturelle* : Les supports céramiques brun clair sont **compacts**, hormis la présence de quelques **porosités** d'une centaine de micromètres au millimètre. Ces porosités indiquent que l'argile crue a été travaillée mais pas complètement dégazée, ce qui la fragilise légèrement.

b/ *En cathodoluminescence* : Le support céramique de l'échantillon BDX 8552 a une luminescence globale **rouge sombre**. Quelques **inclusions** à luminescence bleue de très faibles dimensions sont visibles. On n'observe **aucune luminescence à l'interface** terre cuite/glaçure, signe d'une double cuisson.

Les supports céramiques des fragments BDX 8553 et 8554, ont une luminescence **globale rouge sombre** masquée par les **luminescences bleues intenses** d'inclusions de faibles dimensions. Quelques rares inclusions à luminescence rouge sont aussi visibles. **Aucune interface** luminescente **terre cuite/glaçure** n'est visible.



LN : lumière naturelle ; CL : cathodoluminescence

Figure n 61 : Texture en réflexion naturelle et en cathodoluminescence des supports céramiques des fragments de céramique glaçurée à décor de lustre métallique de Jâm.

a. Le support céramique de l'échantillon BDX 8552 a une luminescence globale rouge sombre. Quelques inclusions bleues de très faibles dimensions sont visibles. On n'observe aucune luminescence à l'interface terre cuite/glaçure, signe d'une double cuisson. La glaçure a une luminescence globale bleue.

b et c. Les supports céramiques des fragments BDX 8553 et 8554, ont une luminescence globale rouge sombre masquée par les luminescences bleues intenses d'inclusions. Quelques inclusions à luminescence rouge sont aussi visibles. Aucune luminescence à l'interface terre cuite/glaçure n'est visible. La glaçure n'a pas non plus de luminescence propre.

c/ *En microscopie électronique à balayage* : Les supports céramiques sont **compacts** et **homogènes**, hormis la présence de porosités et inclusions micrométriques ($\geq 100 \mu\text{m}$ pour les plus grosses).

7.2.II. Composition cristalline du support céramique

La diffraction de rayons X met en évidence des phases communes pour les trois échantillons. Il s'agit du **quartz** largement majoritaire dans tous les spectres et de la **microcline**, un feldspath, responsable de la luminescence bleue des supports céramique.

D'autres feldspaths sont présents selon les échantillons : **albite** et **anorthoclase**, auxquels s'ajoute le **diopside** (tableau 19). Ce dernier peut avoir été introduit par les céramistes ou être le résultat d'un chauffage à haute température, le diopside ne se formant qu'autour de 900°C (Foucault et Raoult, 1995). Il faut toutefois être très prudent, car ces échantillons ont subi au minimum deux cuissons successives, à des températures différentes qui ont pu entraîner des transformations de composition cristallographique.

Cristal	Vaisselle		
	8552	8553	8554
Quartz (SiO ₂)	XX	XX	XX
Albite (NaAlSiO ₄)	X		
Anorthoclase ((NaK)(Si ₃ Al)O ₈)		X	X
Microcline (KAlSi ₃ O ₈)	X	X	X
Diopside (CaMgAlSi ₂ O ₆)		X	X

XX : bande de forte intensité ; X : bande de faible intensité.

Tableau n 19 : Composition cristallographique des supports céramiques des fragments de céramique glaçurée à décor de lustre métallique de Jâm. Le quartz et la microcline sont communs à tous les échantillons.

7.2.III. Composition élémentaire du support céramique

Les supports céramiques des échantillons sont riches en **argile** (Al₂O₃ : 15 %), en **calcium** (CaO : 10 %) et en **fer** (Fe₂O₃ : 3.5 %). Il s'agit de terre cuites calcaires, teintées en orangée par la présence de fer. La teneur en titane (TiO₂ : 0.8 %) est probablement liée à celle du fer, les deux métaux étant souvent associés (tableau 20).

Les compositions étant **sensiblement identiques** pour les 3 échantillons, on peut supposer que les supports céramiques sont de même nature, suggérant que les objets proviennent d'une **même source d'argile** (tableau 20, fig 62).

	8552	8553	8554
Na₂O	1.28 ± 0.21	1.15 ± 0.09	1.21 ± 0.16
MgO	2.64 ± 0.29	2.00 ± 0.15	2.51 ± 0.22
Al₂O₃	14.10 ± 0.38	15.24 ± 0.44	15.03 ± 0.41
SiO₂	63.88 ± 3.47	63 ± 1.20	63 ± 2.34
P₂O₅	0.59 ± 0.11	0.42 ± 0.10	0.55 ± 0.25
K₂O	2.70 ± 0.64	2.24 ± 0.24	2.47 ± 0.44
CaO	10.77 ± 1.71	10.60 ± 0.56	10.68 ± 1.14
TiO₂	0.86 ± 0.31	0.83 ± 0.15	0.81 ± 0.23
Fe₂O₃	3.18 ± 0.64	4.00 ± 0.38	3.50 ± 0.51

Non détectés : SO₃, Cl, MnO

Tableau n 20 : Analyse élémentaire des supports céramiques de fragments de céramique glaçurée à décor de lustre métallique de Jâm. Les supports céramiques des 3 échantillons ont des compositions identiques aux écarts-types près, ce qui suggère une provenance géologique identique.

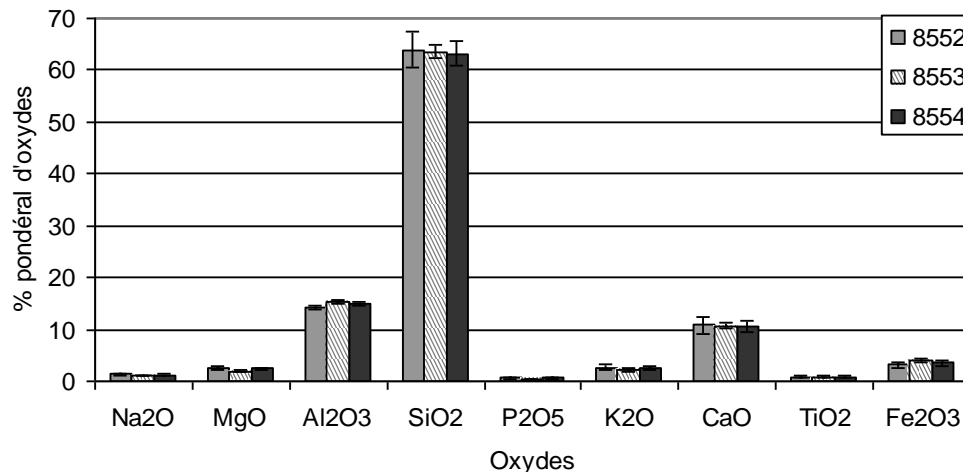


Figure n 62 : Autre présentation des analyses quantitatives des supports céramiques des fragments de céramique glaçurée à décor de lustre métallique de Jâm.

7.2.IV. Peut comparer ces supports avec ceux de la production de Kashan ?

Ces deux ensembles ne peuvent être comparés, étant donné que les fragments contemporains provenant de Kashan (Perse) (point I du chap 2) ont été réalisés avec un **support fritté**, contrairement aux fragments mis au jour à Jâm, qui ont un support de **terre cuite**. Les motifs des décors, étant identiques à ceux de Kashan, on suppose qu'ils sont **liés** à ce centre de production d'une manière ou d'une autre.

Plusieurs hypothèses pourraient expliquer cette différence de supports :

- Les **terres cuites** et les **frites** ont **coexisté** un long moment en Perse, pour d'autres types de productions que les décors de lustre métallique (Mason, 2004). Il n'est pas impossible que pour des raisons économiques ou parce qu'ils étaient fournis par le commanditaire, les céramistes aient utilisé des objets prévus à l'origine pour d'autres techniques décoratives.

- Le ou les ateliers qui ont produit ces objets n'étaient pas de Kashan mais d'un **autre centre de production, imitant** ou **s'inspirant** de la production réputée (Rey, Gorgan, Nishapur...) (Chabanne, 2005).

- Des **céramistes de Kashan** ont pu se **déplacer** à Jâm ou dans autre ville à la demande d'un souverain local, pour fabriquer des céramiques à décor de lustre métallique. Dans ce cas, ils utilisaient majoritairement les matériaux locaux pour des questions pratiques. C'est le cas des décors de lustre métallique mis au jour à **Shahrisabz** (Ouzbékistan, XIV-XV^{ème} s ap J.C.) (point II du chap 5) dont le support est une terre cuite (peu de quartz dans la région), malgré le fait qu'ils auraient été fabriqués par des artisans persans. L'Afghanistan actuellement frontalier des deux pays, les deux origines ne peuvent être écartées.

En résumé,







Les supports céramiques des trois échantillons sont des terres cuites orangées, calcaires et riches en fer. Leur composition étant identiques, on peut supposer que les trois objets appartiennent à une même production. Ces objets n'ont pas le même type de support que les productions de Kashan (frites), contrairement aux fragments mis au jour à Shahrisabz (Ouzbékistan), réalisés avec une terre cuite. On pourrait être en présence, soit d'une production locale, soit d'une importation (origine indéterminée).

7.3. La glaçure

7.3.I. Couleur de la glaçure

Les glaçures perçues visuellement opaques et « blanches » sont légèrement teintées de **jaune** (λ : 577 nm), **nuancé de vert** (λ : 570 à 571 nm) ou d'**orange** (λ : 580 à 584 nm) (tableau 21). Leur faible pureté d'excitation et leur luminosité élevée en font des **couleurs claires** (Pe : 9.04 à 28.04 % et L* : 64.03 à 88.16 %).

Seule la glaçure de la face interne du fragment BDX 8552, est blanche légèrement teintée de **bleu** (λ : 480 nm) à cause de la présence de traits bleus peu saturés qui modifient la teinte.

BDX	Face	Teinte (visuelle)	Zone étudiée	Teinte (mesurée)	λd (nm)	Pe	Coordonnées Xyy			Coordonnées L*a*b*		
							Y	x	y	L*	a*	b*
8552	Int	Opaque. bleuâtre		Bleu	480	19.3	58.03	0.27	0.32	64.03	-3.28	-10.0
	Ext	Opaque blanche		Jaune-orangé	584	13.22	62.06	0.452	0.411	68.06	12.86	33.37
8553	Int	Opaque blanche		Jaune-verdâtre	571	14.88	74.25	0.33	0.359	83.1	-3.80	13.31
	Ext	Opaque blanche		Jaune-verdâtre	570	9.04	68.67	0.341	0.376	78.59	-5.05	15.13
8554	Int	Opaque blanche		Jaune	577	28.04	72.40	0.33	0.35	88.16	0.45	11.07
	Ext	Opaque crème		Jaune-orange	580	21.33	61.08	0.37	0.38	82.42	4.89	24.29

Ext : glaçure de la face externe ; Int : glaçure de la face interne

Tableau n 21 : Coordonnées chromatiques des glaçures des échantillons de céramique glaçurée à décor de lustre métallique de Jâm. Les couleurs des glaçures opaques blanches sont dans le domaine jaune, hormis la glaçure de la face interne du fragment BDX 8552 qui est bleue à cause de la présence de traits bleutés.

7.3.II. Observation de la texture de la glaçure et de l'interface

a/ *En lumière naturelle* : En réflexion naturelle les glaçures opaques blanches sont compactes et épaisses de 100 à 400 μm selon les faces et les échantillons. Aucune distinction n'est visible entre les glaçures des faces internes et externes, celles-ci étant toutes opaques blanches. Ces glaçures comportent **peu de bulles** et de cristaux, ce qui indique que le mélange glaçant était finement broyé et qu'il a été suffisamment chauffé (température et durée) pour que les cristaux fondent et que les gaz s'échappent du mélange en fusion.

b/ *En cathodoluminescence* : Les glaçures du fragment BDX 8552 ont une luminescence globalement bleue, contrairement à celles des fragments BDX 8553 et 8554 qui n'en ont aucune (fig 61). Cette teinte bleue peut être attribuée à la présence de cristaux de cassitérite (SnO_2) qui servent d'opacifiant (El Marraki, 1998). L'**interface** terre cuite/glaçure ne présente **aucune luminescence**, ce qui laisse penser que ces objets ont subis une double cuisson (El Maraki, 1998).

c/ *En microscopie électronique à balayage* : L'imagerie confirme la compacité des glaçures. Peu ou pas de bulles visibles. Aucune interface terre-cuite/glaçure n'est observée.

7.3.III. Composition élémentaire de la glaçure

Ces glaçures blanches sont toutes **alcalino-plombifères** opacifiées à l'**étain** et qualitativement identiques (tableau 22, fig 63). On n'observe **pas de différences** entre les compositions des faces **internes** et **externes** d'un même échantillon, ce qui laisser penser qu'un **même mélange** glaçant a été employé par objet.

On observe toutefois des différences entre les échantillons :

- *Le plomb* : Le fragment BDX 8552 une teneur en **plomb plus élevée** (PbO : 39 %) que celle des glaçures des échantillons 8553 et 8554 (PbO : 28 %).

- *L'étain* : la cassitérite (SnO₂) est présente à hauteur de 7 % dans les glaçures des fragments 8552 et 8554 et à 11 % pour l'échantillon 8553.

- *Le cobalt* : la légère teinte bleue de la face interne du fragment 8552 est produite par du **cobalt** (CoO : 0.23 %) qui couvre toute la surface de la glaçure.

Ces glaçures ayant des compositions différentes, on peut penser que plusieurs **mélanges glaçant** différents ont été employés.

Jâm (Afghanistan), Composition élémentaire des glaçures						
	8552		8553		8554	
	F.interne	F.Externe	F.interne	F.Externe	F.interne	F.Externe
Na₂O	2.17 ± 0.17	2.1 ± 0.19	4.39 ± 0.14	4.44 ± 0.25	5.53 ± 0.07	5.88 ± 0.26
MgO	0.13 ± 0.06	0.18 ± 0.04	1.02 ± 0.07	1.13 ± 0.06	1.4 ± 0.15	1.43 ± 0.22
Al₂O₃	1.47 ± 0.59	1.58 ± 0.53	1.35 ± 0.08	0.9 ± 0.08	1.38 ± 0.24	1.76 ± 0.87
SiO₂	46.1 ± 1.6	46.7 ± 1.22	46.23 ± 1.29	47.12 ± 1.99	48.53 ± 1.05	50.03 ± 2.03
Cl	0.23 ± 0.01	0.19 ± 0.04	nd	nd	nd	nd
K₂O	2.1 ± 0.1	2 ± 0.06	3.4 ± 0.20	3.78 ± 0.41	3.57 ± 0.09	3.02 ± 0.78
CaO	0.77 ± 0.25	0.64 ± 0.15	2.41 ± 0.57	2.67 ± 0.8	2.48 ± 0.78	2.01 ± 0.5
Fe₂O₃	0.53 ± 0.12	0.55 ± 0.08	0.9 ± 0.12	1.41 ± 0.2	2.06 ± 0.16	1.99 ± 0.21
CoO	0.23 ± 0.02	nd	nd	nd	nd	nd
SnO₂	6.47 ± 0.4	7.66 ± 0.65	11.5 ± 1.02	10.54 ± 1.36	6.74 ± 0.89	6.02 ± 1.12
PbO	39.8 ± 1.82	38.4 ± 1.23	28.8 ± 3.04	28.01 ± 2.49	28.31 ± 0.09	27.86 ± 0.7

F : face ; Non détectés : P₂O₅, SO₃, TiO₂, MnO

Tableau n 22: Les glaçures des 3 échantillons sont qualitativement identiques, mais on observe des différences au niveau des teneurs en plomb et en étain.

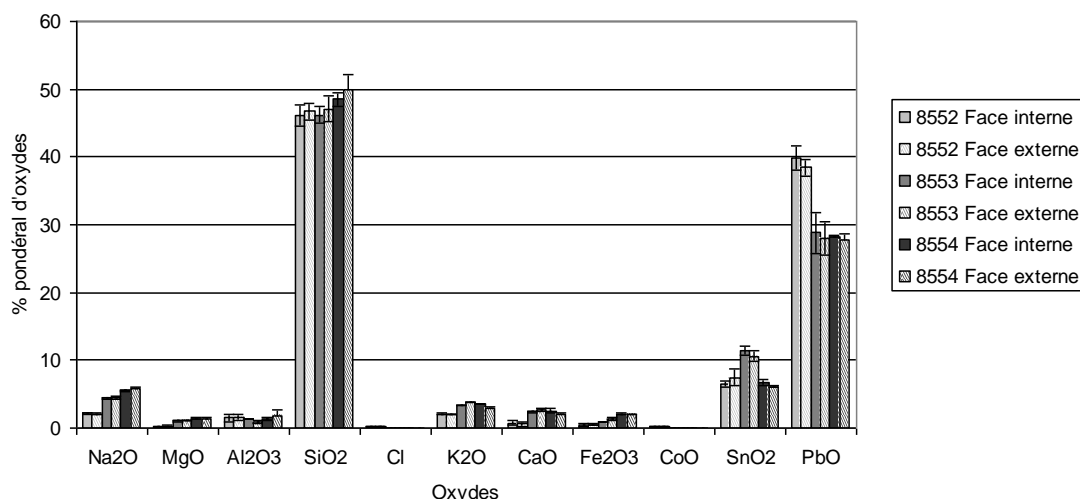


Figure n 63: Autre présentation des analyses quantitatives des glaçures des fragments à décor de lustre métallique de Jâm.

7.3.IV. Comparaison avec les glaçures de Kashan

Bien que qualitativement identiques, les glaçures des échantillons de Jâm présentent des teneurs plus élevées en **plomb** (Pbo Jâm : 28 à 39 % : PbO Kashan : 20 %) et plus faibles en **étain** (SnO₂ Jâm : 7 % ; SnO₂ Kashan : 9-10 %) que celles de Kashan (qui seraient contemporaines). Ces différences indiquent que les mélanges glaçurants ou les recettes employées n'étaient pas les mêmes.

Le mélange de base d'une glaçure est une fritte de plomb et d'étain, à laquelle les autres composés sont ajoutés. Cette fritte est caractéristique d'un atelier et d'une époque donnée, chacun ayant sa propre recette. Ainsi, au cœur d'une même production (espace et temps), on peut avoir de nettes différences, ce qui ne permet pas pour l'instant, d'exclure la possibilité d'une production persane ou d'un autre centre de production contemporain qui aurait exporté ses productions.

7.4. Le décor de lustre métallique

7.4.I. Couleurs des décors

a/ *Réflexion diffuse* : Les décors perçus visuellement **bruns** (clair à sombre) se situent dans le domaine colorimétrique allant du **jaune** à l'**orange** (λ entre 578 à 586 nm) (tableau 23, fig 64). Leur pureté d'excitation relativement faible (P_e : 28.88 à 45.24 %) et leur réflectance faible à moyenne (L^* : 11.97 à 71.65 %) en font des couleurs relativement sombres.

b/ *Réflexion spéculaire* : on observe deux couleurs principales de reflets métalliques : **orange** (λ entre 582 et 613 nm) et **pourpre** (λ entre 447 et 556). Leur faible pureté d'excitation (P_e : 3 à 13 %) et leur forte réflectance (L^* : 95 à 148 %) caractéristique des décors de lustre métallique, en font des couleurs claires et lumineuses (tableau 23, fig 64). La réflectance supérieure à 100 % est dû au fait que le blanc référence employé est mate, contrairement aux surfaces vitreuses brillantes que sont les glaçures.

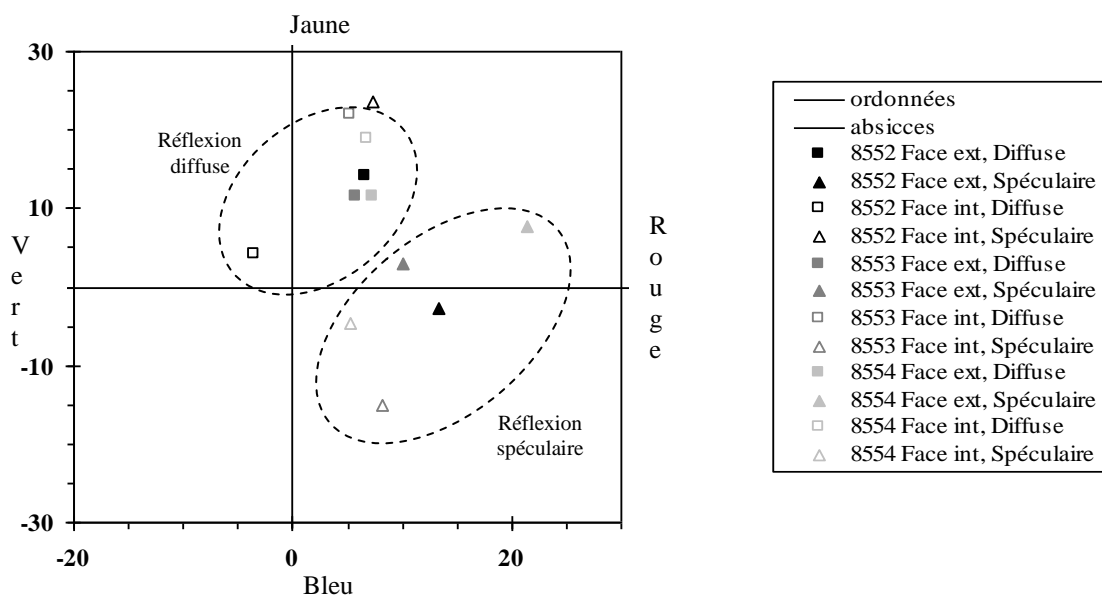













Figure n 64 : Représentation dans le système $L^*a^*b^*$ (CIE, 1976) des teintes des décors des fragments provenant de Jâm.

BDX	Face	Teinte (visuelle)	Zone étudiée	Teinte (mesurée)	λd (nm)	Pe	Coordonnées Yxy			Coordonnées L*a*b*		
							Y	x	y	L*	a*	b*
8552	Int LD	Brun clair		Jaune	578	45.24	9.35	0.39	0.40	36.66	2.30	21.47
	Int RS	Doré pâle		Jaune-orange	582	13.72	146.2	0.34	0.38	115.7	5.86	15.05
	Ext LD	Brun		Jaune-orange	584	30.47	10.89	0.381	0.36	39.4	6.62	14.1
	Ext RS	Cuivré pâle		Rouge-pourpre	c504	6.34	143.5	0.32	0.31	114.8	13.32	-2.63
8553	Int LD	Brun clair		Jaune	580	42.32	0.39	0.39	13.4	43.36	5.28	22.04
	Int RS	Bleu		Pourpre-bleu	447	7.42	0.30	0.31	236.9	138.6	8.14	-15.1
	Ext LD	Brun sombre		Jaune-orange	584	28.88	0.38	0.37	7.2	32.27	5.84	11.5
	Ext RS	Orange		Rouge-orange	623	4.9	0.33	0.33	92.55	95.81	10.13	2.95
8554	Int LD	Brun clair		Jaune-orange	583	40.9	0.4	0.38	9.79	37.47	6.88	18.9
	Int RS	Bleu-violet	Trop faible	Pourpre	c556	2.98	0.31	0.32	282.5	148	5.28	-4.72
	Ext LD	Brun sombre		Orange	586	29.62	0.38	0.36	7.04	11.91	7.26	11.5
	Ext RS	Rose-orangé		Rouge-orangé	613	10.02	0.35	0.33	147	115.9	21.48	7.72

RD : réflexion diffuse – **RS** : réflexion spéculaire - **c** : longueur d'onde complémentaire

Tableau n 23 : Coordonnées chromatiques des décors des échantillons de céramique glaçurée à décor de lustre métallique de Jâm. Les décors en diffus sont bruns, les reflets métalliques associés oranges ou pourpres.

7.4.II. Composition élémentaire du décor de lustre métallique

a/ *Spectrométrie d'absorption optique* : Elle indique que les décors de lustre métallique des trois échantillons contiennent de l'argent sous forme Ag^0 , celui-ci présentant des bandes caractéristiques à 410, 420 et/ou 455 nm (Shelby et Vitko, 1982 ; DeMarchi *et al.*, 1996) (fig 65a,b,c). La présence de cuivre sous forme Cu^0 est nette sur tous les spectres, hormis pour le décor de la face interne du BDX 8552 (fig 66a). En effet, celui-ci ne présente pas de bande caractéristique à 560 nm (Roy and Chakravorty, 1994) (fig 65b,c) visible sur les autres décors. Cette bande est probablement masquée par l'intense absorption du décor bleu au cobalt Co^{2+} (bandes à 530, 590 et 645 nm) (CoO : 0.32 ± 0.03 %), qui donne une tonalité bleue à la glaçure de cet échantillon.

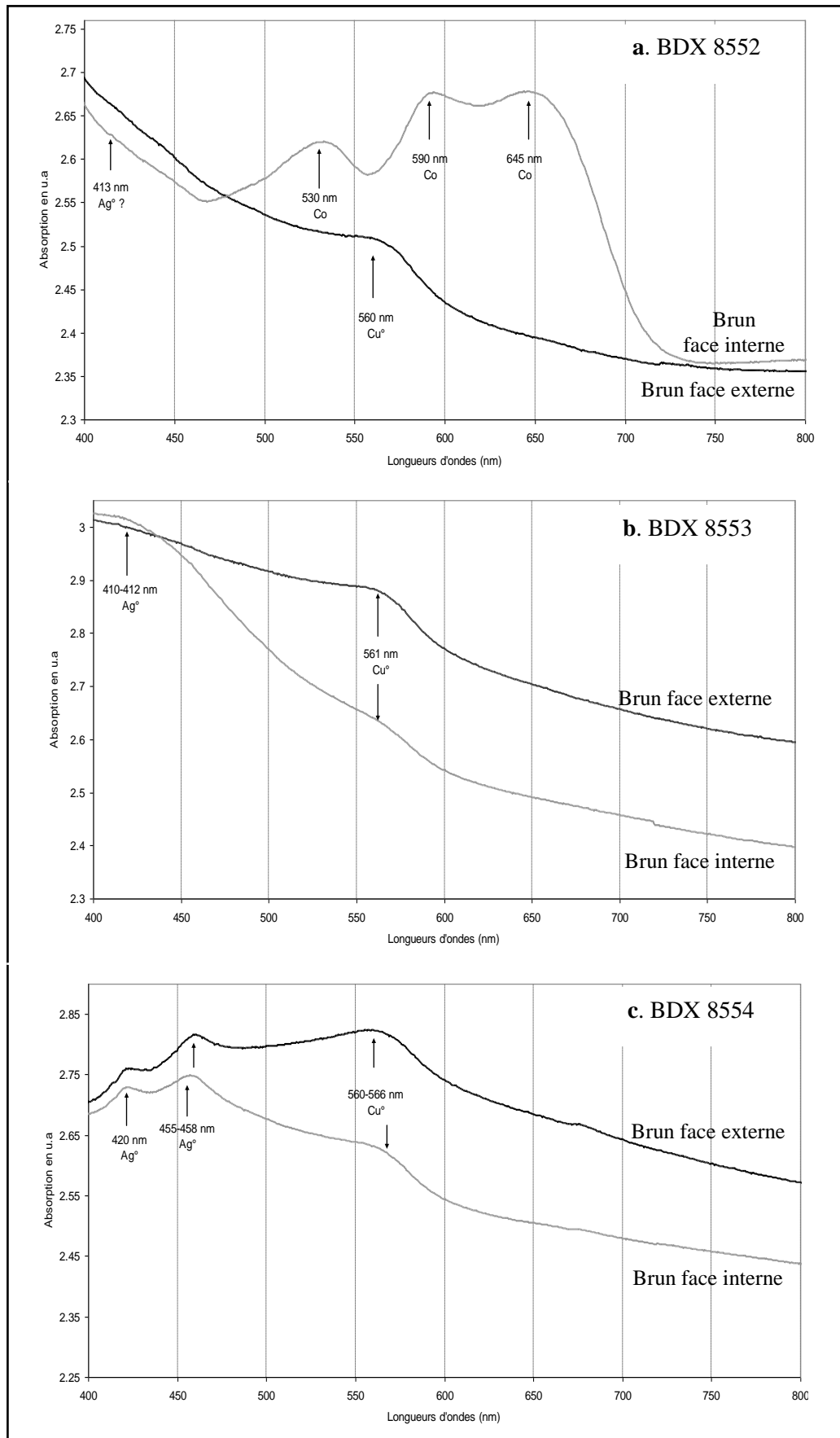


Figure n 65 : Spectres d'absorption optique des décors observés en réflexion diffuse des échantillons de Jâm BDX 8552 (a), 8553 (b) et 8554 (c).

b/ *Fluorescence de rayons X* : La présence d'**argent** et de **cuivre** est confirmée par les analyses réalisées en fluorescence de rayons X. Les décors sont composés **majoritairement de cuivre** avec des proportions sensiblement identiques selon les échantillons (de 68 à 84 % de Cu) (tableau 24).

La seule différence constatée est une **variation des teneurs** en métaux d'une face à l'autre des échantillons BDX 8553 et 8554, mais avec toujours le même rapport Cu/Ag. Cette différence pourrait être due à :

- la technique de décoration (couche fine ou épaisse),
- un ajout de vinaigre dans le mélange lustrant pour l'allonger un peu,
- l'utilisation d'un mélange lustrant identique ([Ag] et [Cu]) mais avec un rapport métal/ocre différent (quantité de mélange insuffisante au départ),
- un défaut de cuisson qui a empêché une même quantité de métal de pénétrer à l'identique sur les deux faces.

BDX	[Cu]	[Ag]	Cu/(Cu + Ag)	Ag/(Cu + Ag)
8552	1.12 ± 0.17	0.50 ± 0.04	68.29 ± 0.34	31.71 ± 0.34
8553	1.63 ± 0.13	0.38 ± 0.02	81.09 ± 2.18	18.91 ± 2.18
8554	1.77 ± 0.12	0.33 ± 0.01	84.29 ± 0.76	15.71 ± 0.76

Tableau n 24 : Composition (% atomiques) des décors de lustre métallique des échantillons de Jâm.

7.4.III. Comparaison avec les décors de lustre métallique de Kashan

Les teintes en réflexion diffuse et spéculaires, ainsi que les compositions des décors de lustre métallique (Cu dominant) sont sensiblement **identiques** pour la production de Kashan et les fragments trouvés à Jâm. Cette tendance à l'obtention de décors bruns au cuivre à reflets orangés, est observée dans les productions de décor de lustre métallique à partir du XII^{ème} s ap J.C., ce qui indiquerait que les carreaux ne peuvent être antérieurs à cette époque. Ce dont on se doutait.

Le décor de lustre métallique du fragment BDX 8552, rehaussé de **bleu**, rappelle la production de Kashan, où cette teinte est utilisée par touches pour mettre la forme de l'objet ou/et son décor en valeur.

Le décor de ces trois fragments, peut ainsi être rapproché des décors de Kashan, bien que le nombre d'échantillons réduit limite la portée de cette première approche.

En résumé,

Les décors bruns en réflexion diffuse, ont des reflets métalliques orangés ou pourpres, c'est-à-dire principalement dans le domaine jaune-rouge. Composés en majorité de cuivre, ils se rapprochent des décors de Kashan. Cette parenté se retrouve aussi dans la présence du rehaut bleu de l'un des échantillons.

On considèrera que cette étude est un préliminaire à la recherche de provenance du matériel céramique de Jâm.

8. Bilan au sujet des fragments de décor de lustre métallique mis au jour à Jâm (Afghanistan)

Ces échantillons qui n'ont pas attiré l'attention des pilleurs (trop fragmentaires) en portent pourtant les marques (griffures, décollements de glaçure liés aux mouvements du sol et à l'emploi d'outils). Sans intérêt pour un collectionneur, ils deviennent pour le chercheur une mine d'informations, car caractéristiques d'une production et/ou d'une époque donnée.

Ils présentent des ressemblances avec la production persane de décors de lustre métallique de Kashan, sans pour autant être totalement identiques. Comme Jâm était sur l'un des axes des Routes de la Soie, de nombreuses marchandises y ont circulé, à tel point qu'il est difficile de séparer une possible production locale (bien qu'improbable étant donné la configuration du site dans une vallée escarpée), d'importations.

Ces possibles importations ne présentent pas, à l'exception d'une proximité avec Kashan, les caractéristiques physiques des productions précédemment étudiées au laboratoire qui proviennent de grands centres de production (ou du moins réputés comme tels). Il s'agirait plutôt de variantes, ce qui laisse penser que d'autres centres, de dimensions moindres, ont existé et dont la trace est perdue. Ces quelques objets qui sont venus étoffer la base de données analytiques sur le décor de lustre métallique, permettront peut être dans le futur de caractériser un centre de production, si d'aventure des archéologues progressaient également.

Les échantillons de Jâm sont des témoins matériels d'un lieu et d'une époque donnée, tandis que la technique qui les a produits est un témoin immatériel de la même culture. Ils sont des sources documentaires de l'Humanité et à ce titre, ont à nos yeux, la même valeur que les plus prestigieux des objets (intacts) présentés dans les grands musées.

III. Lustre métallique : un nouveau modèle théorique : de l'énigme de « l'Homme de Bagdad » à la « résonance plasmon de surface »

Dès l'arrivée du sujet du décor de lustre métallique au laboratoire du CRP2A, trois approches systématiques ont été effectuées, toutes se déroulant en parallèle et se complétant :

- *la réalisation d'une base de données des caractéristiques physiques de fragments céramiques glaçurés à décor de lustre métallique (usage et parement),*
- *des essais de re-création,*
- *une approche théorique du phénomène optique.*

Au début des années 2000 sont apparus de nouveaux concepts physiques qui commencent à peine à se développer et pourraient offrir une explication aux couleurs du décor de lustre métallique, notamment celles des reflets métalliques colorés. Ces théories (concepts et représentations mathématiques) ne pouvant se suffire à elles-mêmes, elles sont validées (ou non) par les résultats des caractérisations physiques d'échantillons anciens et des re-créations.

Mots-clés : Absorption ; Argent ; Colloïdes métalliques ; Cuivre ; Décor de lustre métallique ; Diffusion ; Nanoparticules ; Plasmon de surface ; Réflexion diffuse ; Réflexion spéculaire ; Résonance ; TEM

1. Problématique

1.1. Un cheminement difficile

« Étrange », c'est l'épithète que sur les sites archéologiques ou dans les musées, on utilise couramment afin de désigner le décor de lustre métallique de certaines céramiques glaçurées.

Ce type de décor est étudié à Bordeaux depuis 1992. Au début, l'idée était de satisfaire une curiosité et modestement, de « voir » ce dont il s'agit... sans autre ambition que d'en informer convenablement les étudiants d'histoire de l'Art de l'Université. En pareil cas, on imagine que d'autres se sont déjà penchés sur le sujet et ont apporté des réponses claires et définitives aux questions qui viennent spontanément à l'esprit et que l'on se pose. Mais il n'en fut rien car sans s'en douter on touchait à une partie encore relativement inexplorée de la Physique... Elle fait en 2010 l'objet d'une vive effervescence intellectuelle.

Avec le temps, il s'est avéré que les interprétations proposées par des céramistes professionnels ou d'autres chercheurs, si elles n'étaient pas « fantaisistes », étaient soit insuffisantes, soit erronées. Le problème était donc bien réel. Pour preuve, malgré de subtiles recettes inspirées de textes anciens (Allan, 1973), de savants savoir-faire actuels de l'artisanat ou de l'industrie, pratiquement toutes les tentatives de re-création par des gens qui « savaient », échouaient. C'est en partie cette situation qui est à l'origine de ce travail de doctorat.

1.2. Expérience significative : une « rencontre Entreprise – Université »

Alors qu'il travaillait sur le sujet depuis plusieurs années, notre Centre de recherches organisa en novembre 2000, une rencontre¹ de type « Entreprise – Université ». sur le thème « **Re-création d'un décor de lustre métallique** ». L'objectif étant d'évaluer les difficultés à vaincre pour obtenir de manière reproductible un décor de lustre métallique, possédant les propriétés des décors des carreaux du mihrab de la grande mosquée Sidi Oqba à Kairouan.

En alternance, des exposés, des travaux dirigés par petits groupes dans les laboratoires du Centre de recherches et des expériences « au four », se déroulèrent durant 10 jours. Trois fours avaient été construits : à bois, à gaz et à l'électricité. L'expérimentation « à l'ancienne », en suivant les recettes du passé, fut privilégiée. L'expérience fut jugée passionnante et d'un extrême intérêt par les participants. Quant aux résultats des cuissons expérimentales, évaluées collectivement au fur et à mesure de leur obtention, ils furent jugés parfois convenables mais dans la plupart des cas, « déroutants » et par dessus tout **peu reproductibles**.

Il aurait été souhaitable de renouveler l'expérience ou d'accompagner et aider les artisans, à expérimenter dans leurs ateliers. Malheureusement, pour cela, il aurait fallu disposer de moyens humains et financiers spécifiques importants, dont ne disposaient ni le Centre de recherches, ni le **Collectif des céramistes français**. Certains nous informèrent néanmoins par la suite, de leur cheminement. Notamment, **Martine Lévêque** et **Alain Déjardin** de Cuq Toulza (Tarn) qui organisèrent en 2006, une exposition consacrée à des décors de lustres « contemporains » (c'est-à-dire à obtenus l'aide de colorants organométalliques).

En définitive, la « rencontre » de Bordeaux avait **confirmé la complexité du problème à résoudre** et révélé un extrême intérêt de la part des artisans professionnels pour ce type de rencontre. La distance entre l'atelier du céramiste et l'Université avait été réduite. Certains accédaient pour la première fois de leur existence dans un laboratoire universitaire...

2. Stratégie de recherche

2.1. Choix d'un référentiel

Il fut choisi en **Tunisie**, à **Kairouan**. Au titre d'un programme de recherche soutenu par la Commission européenne et le Conseil Régional d'Aquitaine, une convention fut signée entre notre laboratoire et les autorités tunisiennes (Institut National du Patrimoine, Centres de Tunis et de Kairouan). Il donnait accès, en collaboration avec les Drs **Abdelaziz Daoulatli** de Tunis, alors directeur de l'INP et **Mourad Rammah**, responsable des sites à Kairouan, à un exceptionnel matériel daté de 862-863 ap. J.C. Il s'agissait des carreaux en place et de fragments en cours de remise en place sur le mihrab, de « Sidi Oqba », la grande mosquée de la ville. Elle est située au cœur d'une médina inscrite sur la Liste du patrimoine mondial de l'Unesco (Schvoerer *et al*, 1999 ; Bobin, 2001 ; Bobin *et al*, 2001 ; Ney *et al*, 2003 ; Bobin *et al*, 2003a et b).

¹ Cette rencontre s'est déroulée dans les locaux de la Maison de l'archéologie de l'Université de Bordeaux 3, avec le concours déterminant de Miguel Calado, céramiste à Bussière Badil, en Dordogne, Elle regroupa, outre des chercheurs du laboratoire, des professionnels du Collectif National des Céramistes Français, présidé par Patrice Voelkel – présent à Bordeaux - (de Port-de-Bouc, Bouches du Rhône). Parmi les 1200 membres du groupement, une vingtaine d'entre eux avaient été invités à participer à cette rencontre, en raison de leur intérêt pour le sujet. La plupart étaient des céramistes professionnels, particulièrement expérimentés. L'un d'eux, Jean Girel (de Bourgvilain, Saône et Loire), fut d'ailleurs appelé à Paris, pendant son séjour bordelais, afin de recevoir des mains de la Ministre de la Culture de l'époque, le prix de « Maître d'Art de l'année 2000 », qui renvoie à celui de « Trésor National » du Japon.

2.2. Caractéristiques physiques sélectionnées

a/ Aspect et couleur :

- Filmer et photographier les différents « aspects » des carreaux de Kairouan (Ney et al, 2003).

- Analyser in situ, avec l'éclairage ordinaire de la salle des prières, à l'aide d'un spectroradiomètre optique portable², acquis spécialement pour ce type d'intervention, le spectre de réflexion (**la réflectance**) de chaque partie de décor. La difficulté instrumentale étant de travailler sur des traits étroits ou des petits points (au minimum de 2 mm de large ou de diamètre), **en réflexion diffuse** puis à la **réflexion spéculaire**. En déduire le spectre d'absorption à partir du spectre d'un blanc étalon utilisé³.

b/ Constituants :

- Identifier (et doser) ensuite les chromogènes (nanoparticules métalliques) par spectrométrie d'absorption optique et les constituants élémentaires par fluorescence de rayons X.

- Les localiser sous la surface de la glaçure, déterminer leur forme, leur(s) dimension(s), les distances entre elles, par microscopie électronique en transmission (accès à d'autres laboratoires et universités).

c/ Résultats : Cet objectif fut atteint peu après le précédent en 2001.

- Pour les carreaux de Kairouan, leur décor est dû à l'argent **Ag^o** et au cuivre **Cu^o**.

- Ces métaux sont sous forme de **nanoparticules colloïdales**, non alliées entre elles et localisées dans une **glaçure alcalino-plombifère** (PbO : 6.5 % en moyenne); d'indice de réfraction n : 1,52, sous une couche de **glaçure transparente** d'épaisseur comprise entre 25 et 150 nm. Leur forme, est pratiquement **sphérique** avec une valeur dominante du diamètre voisine de 10 nm (entre 2 et 60 nm). Enfin, la distance entre les particules est de quelques nm à dizaines de nm (Bobin, 2001 ; Bobin et al, 2003).

Dans la mesure où cette dimension est inférieure au 1/10 de la longueur d'onde de la lumière visible (entre 400 et 700 nm), il s'agit donc de ce que l'on appelle conventionnellement en nanotechnologie, des « **petites particules** ». Toutefois, dans le cas de « *dorado* » espagnols de Manises, on a rencontré des diamètres supérieurs, environ 60 nm (Chabanne, 2005).

2.3. Retrouver les routes du lustre et pour cela, « interroger le passé »

A notre connaissance, le concept de « **Route du Lustre** », fut avancé, peut-être pour la première fois, à propos de la Méditerranée, par le **Dr Enza Cilia**, alors directrice du Musée Régional de la Céramique de Caltagirone en Sicile (Cilia Platamone et Fiorilla, 1997). Notre ambition fut de l'étendre à une « **Route du lustre de la Méditerranée à l'Asie centrale** » (Chabanne, 2005 ; Schvoerer et al, 2009 ; Ollagnier *et al*, sous presse), dont les tracés se superposent souvent à ceux des mythiques « **Routes de la Soie** ».

Nous avons ainsi été conduits à rechercher d'autres échantillons, en privilégiant des ensembles « cohérents » (de divers points de vue : chronologie, typologie, technologie, géographie,...) ou qui provenaient de centres de production : **Bagdad-Samara** (Irak), **Fostat**, (Égypte), **Raqqa** (Syrie), **Kashan** (Iran), **Paterna** (Espagne). Sans pour autant, négliger ceux qui sont conservés dans des collections de musées à Narbonne, Sèvres (France), Manises,

² Spectroradiomètre CS1000 de Minolta

³ Disque blanc de barytine (Ba SO₄)

(Espagne) ; Caltagirone (Italie), Damas (Syrie), Téhéran (Iran) et **Shahrisabz** (Ouzbékistan). Certains ont été recueillis à titre de sauvegarde, par un membre de notre équipe, par exemple parmi les déblais abandonnés par des pilleurs de sites, à **Jâm**, en Afghanistan (Schvoerer, 2004).

Un recensement récent (2010) indique que **329 échantillons** au total, ont été **caractérisés**⁴ à Bordeaux (dont 149 « anciens » et 180 « re-crées »), parmi lesquels 25 anciens et 140 re-crées, le furent dans le cadre de cette thèse. Ainsi, notre laboratoire a construit une substantielle **base de données** sur le thème du décor de lustre métallique destinée à aider les pouvoirs publics, à résoudre des problèmes en **recherche** ou **conservation**. Vis-à-vis de la politique de sauvegarde des sources documentaires de l'humanité, préconisée par l'Unesco, cet ensemble de résultats préfigure ce qui pourrait être entrepris de manière systématique et concertée si des organismes internationaux prenaient le relais d'initiatives nationales (Massué, 2002).

3. Approche théorique

3.1. Concept de plasma d'électrons.

Avant de discuter des couleurs correspondant aux deux types d'observation d'un décor de lustre métallique, il faut considérer ce qui est éclairé (c'est-à-dire la « cible ») et ce qui éclaire (la lumière naturelle). En fait, ce que « voit » le faisceau lumineux, c'est un « nuage » ou « **plasma d'électrons** » dont les plus « périphériques », ou électrons dits de type « d^{10} » et surtout « s^1 » (tableau 25) sont les plus mobilisables, pratiquement dans une géométrie sphérique.

Elément	Symbole	Structure électronique	Etats d'oxydation
Cuivre	Cu ^o	[Ar] 3d ¹⁰ 4s ¹	1, 2, 3
Argent	Ag	[Kr] 4d ¹⁰ 5s ¹	1, 2, 3
Or	Au	[Xe] 4f ¹⁴ 5d ¹⁰ 6s ¹	1, (2), 3

Tableau n 25 : Configurations électroniques des métaux nobles (Cuivre, Argent, Or) (Lee, 1979).

3.2. Confinement diélectrique du plasma d'électrons

La « **cavité** » de la glaçure dans laquelle se trouve chaque nanoparticule est « **tapissée** » de **charges électriques** qui interagissent avec le plasma d'électrons. Du coup, la cavité « **confine le plasma** » de la particule, c'est-à-dire le prive d'une partie des degrés de liberté énergétiques que possède le plasma d'un métal massif.

Le confinement lui en impose et lui en offre d'autres, spécifiques de la particule et de la glaçure. Certains états subsistent néanmoins⁵.

⁴ Une évaluation permet de considérer que l'étude exhaustive de chaque échantillon exige, sur les équipements de laboratoires comme celui de l'Université de Bordeaux 3 et du CNRS, en moyenne, une semaine de travail expérimental.

⁵ Il ressort de nos discussions avec les physiciens de notre équipe, qu'il existe une réelle analogie avec la quantification des états d'énergie « possibles » de cations de métaux de transition ou de terres rares dans des matrices isolantes (une glaçure par exemple).

3.3. De l'expérience à la théorie : interaction de la lumière avec le plasma d'électrons.

3.3.I. Bref détour initiatique

Les électrons périphériques des atomes sont à l'origine de deux phénomènes fondamentaux dans l'univers : l'établissement de **liaisons interatomiques** grâce auxquelles la matière existe et l'**émission** ou l'**absorption** de lumière, grâce à laquelle on perçoit cette matière et notre environnement. Ces phénomènes peuvent être décrits simplement à partir de considérations énergétiques, car les énergies mises en jeu par ces électrons pour établir des liaisons interatomiques, émettre ou absorber de la lumière, sont entre elles du même ordre de grandeur, environ 1 **électronvolt** (ou eV). Les physiciens utilisent couramment cette unité car 1 eV est voisin de l'énergie lumineuse perceptible par un œil humain : un **photon violet** transporte une énergie de **3.1 eV** et un photon rouge, **1.8 eV**.

Par ailleurs, rappelons que l'on peut caractériser la lumière naturelle en la considérant soit comme un **rayonnement** (ou onde électromagnétique), soit comme une pseudo-**particule** (ou photon), ou « grain » d'énergie dématérialisé. Les deux conceptions sont couramment utilisées, le choix se faisant selon les circonstances.

- Dans le premier cas, on avance dans la Physique du « continu », le paramètre caractéristique de la lumière visible par un œil humain moyen est alors la **longueur d'onde λ** qui s'exprime dans le système international en fraction de mètre. Pour les deux extrémités du spectre visible, violet et rouge, on a : $\lambda_{\text{violet}} = 400 \text{ nm}$ et $\lambda_{\text{rouge}} = 700 \text{ nm}$ (avec $1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$).

- Dans le second cas, on est dans la Physique du discontinu (ou Physique quantique), dont une caractéristique est qu'elle précise que ce sont les changements d'état d'énergie des électrons autour d'un atome (ou dans un plasma) qui correspondent soit à l'absorption d'une composante de la lumière, soit à son émission. Le paramètre caractéristique de la lumière visible est l'**énergie E** transportée par l'onde qui est **proportionnelle à sa fréquence ν** (nombre de périodes T dans une seconde soit $1/T$). Soit **$E = h\nu$** (avec h , constante de Planck). On vient de voir que pour les deux extrémités du spectre visible, **$h\nu_{\text{violet}}$** transporte 3,1 eV (onde courte) et **$h\nu_{\text{rouge}}$** , 1,8 eV (onde longue). Le « pont » entre ces conceptions ou entre longueur d'onde et énergie (ou fréquence) est l'association d'une onde à une particule. **Longueur d'onde et fréquence sont inversement proportionnelles**^{6 7}.

3.3.II. La clé du problème : l'interaction lumière / plasma d'électrons

Les physiciens du nanomonde s'accordent à considérer que l'interaction de la lumière et du plasma d'électrons de nanoparticules pratiquement sphériques et de diamètre inférieur à la longueur d'onde de la lumière, se traduit par **deux phénomènes simultanés** dont les effets s'additionnent : la **diffusion** et la **résonance plasmon de surface**.

⁶ Une relation simple les relie : $h\nu = h.1/T$. Multiplions en haut et en bas par c , célérité de la lumière ($c = 3.10^8 \text{ m/s}$). La relation devient : $h\nu = h.c/c.T$. Au numérateur, on a le produit de deux constantes $h.c =$ une autre constante et au dénominateur, le produit d'une vitesse par un temps = une distance ; celle que parcourt l'onde au cours d'une période : $c.T$ est la définition même de la longueur d'onde et $c.T = \lambda$ d'où la relation fondamentale qui lie la fréquence à la longueur d'onde : $h\nu = h.c/\lambda$. En pratique si l'énergie s'exprime en eV et la longueur d'onde en micromètres, on a $h.c = 1,24$. Un calcul élémentaire montre : pour $\lambda_{\text{violet}} = 400 \text{ nm}$ ou 0,4 micromètre, son énergie est bien 3,1 eV ; pour $\lambda_{\text{rouge}} = 700 \text{ nm}$ ou 0,7 micromètre, son énergie est bien 1,8 eV.

⁷ Constante de Planck : $h = 6,626.10^{-34} \text{ J.s.}$ (J= Joule ; s = seconde) Valeur d'un électronvolt : $1 \text{ eV} = 1,602.10^{-19} \text{ J}$

a/ *Diffusion* : L'un des phénomènes est le **cumul de réactions individuelles** (peu cohérentes) des **électrons du plasma** à des composantes de la lumière d'éclairage. On l'appelle **diffusion**. Les électrons du plasma de l'argent et ceux du plasma du cuivre sont sensibles, chacun de manière spécifique à la lumière d'éclairage. Seules quelques composantes de la lumière visible contribuent à cette excitation. Dans la limite énergétique déterminée par le confinement diélectrique du plasma, les **électrons se dés excitent** instantanément en émettant un **rayonnement** lumineux de **même énergie que celle qui les a excités**. L'effet n'est pas dirigé. On peut le voir de **n'importe quelle position** de l'observateur. On reconnaît ici le **décor de lustre métallique en lumière diffuse**.

b/ *Résonance plasmon de surface* : L'autre phénomène est une réaction collective (donc intense) du plasma confiné, c'est-à-dire « contraint énergétiquement » dans sa cavité de la glaçure. Celui-ci, en fonction de **paramètres très délicats à maîtriser expérimentalement** (dimensions, forme, distance entre particules,...) est « sensible » à l'une ou l'autre composante de la lumière d'éclairage. Elle l'excite entre son état dans l'obscurité et un état « possible » quand on l'éclaire. On peut dire qu'il y a **absorption** sélective par le plasma de l'énergie de cette composante. Tel un dipôle, le plasma se met à osciller et par conséquent, puisqu'il s'agit d'une entité électriquement chargée, il restitue l'énergie absorbée en émettant à la résonance, un rayonnement de même fréquence (même longueur d'onde donc), c'est-à-dire de la lumière.

Ce phénomène longtemps difficile à appréhender expérimentalement ne donna lieu qu'à des développements mathématiques (particulièrement hermétiques), porte surtout depuis le début des années 1970, le nom de **résonance plasmon de surface**. Il obéit aux lois de l'optique géométrique car il se situe dans le plan d'incidence lumineuse et son **intensité** est maximale dans la **direction symétrique de l'incidence**.

C'est justement ce que l'on **observe à la réflexion spéculaire** où sont révélés l'existence, l'intensité et la couleur du reflet métallique d'un décor de lustre lorsqu'il est techniquement réussi.

c/ *Effet coopératif* : En résumé, la **somme des comportements individuels** des électrons, incohérents au total, produit la **diffusion**.

L'ensemble des électrons de la surface du plasma (les moins liés vis-à-vis du métal), au contraire, se comporte comme une entité. Cette entité crée un effet « collectif cohérent » en absorbant et en réémettant ; elle entre en **résonance** avec une partie de la lumière pour son propre compte. Le confinement détermine pour un **plasma particulier**, une **énergie d'excitation/dés excitation qui caractérise la nanoparticule** dans sa cavité de la glaçure.

On va voir qu'en fonction de la **nature du métal** et de la **dimension** de la nanoparticule, selon qu'elle est « grosse » (conventionnellement 100 à 150 nm) ou « petite » (1 à 30 nm), c'est l'une ou l'autre des contributions, la diffusion (grosses) ou l'absorption (la résonance) (petites) qui est dominante et détermine la couleur observée tant en réflexion diffuse qu'à la réflexion spéculaire (Vallée, 2007).

3.4 Couleur perçue et spectre en réflexion diffuse

L'observation du décor de notre référence (Kairouan), en **lumière diffuse**, indique que la diffusion se produit pour les deux métaux, séparément ou ensemble, dans un **domaine chromatique restreint** (une vingtaine de nanomètres entre 570 et 590 nm). En terme de couleurs, visuellement, on perçoit **deux couleurs** en réflexion diffuse (angle d'observation quelconque,

différent de l'angle d'incidence) : **vert** ou **brun**. Parfois, sur un même décor, les deux couleurs sont présentes.

L'analyse spectrale et le calcul de la longueur d'onde dominante précisent (Bobin 2001) : Pour le **vert** : 570 à 580 nm (nuance dite « **vert olive** »)

Pour le **brun** : 580 à 590 nm (nuance dite « **ocre jaune** », « **marron** »).

3.5. Couleur perçue et spectre en réflexion spéculaire en fonction de la couleur perçue à la réflexion diffuse

3.5.I. Visuellement

À la réflexion spéculaire, lorsque le lustre est techniquement réussi, on observe notamment (car de nombreux autres exemples illustreraient le propos),

a/ Avec les carreaux de Kairouan (Tunisie, IX^{ème} s ap J.C.) (fig 66) :

- Un éclat métallique **doré** intense pour les parties **vertes** en diffus.
- Un éclat métallique **bleu** intense pour les parties **brunes** (marron) en diffus.



Figure n 66 : a. Le décor polychrome en réflexion diffuse, se compose de brun (marron et ocre jaune) et de vert, dont les teintes sont parfois difficiles à distinguer alors qu'elles ont été superposées (ph : M.Schvoerer, 1998).

b. En réflexion spéculaire les teintes se différencient parfaitement. Le décor vert est associé au reflet jaune doré, l'ocre jaune au reflet turquoise et le brun au reflet bleu (ph : M.Schvoerer, 1998).

b/ Avec un échantillon provenant de Syracuse (Italie, XV-XVI^{ème} s ap J.C.) (fig 67) :

- Un éclat métallique **orangé** pour des parties **brunes** en diffus.
- Un éclat métallique **bleu**, pour des parties **brunes** en diffus.

Ici, par conséquent, le problème se complique car pour une **même couleur en diffus**, sur un même objet, on peut observer **deux types d'éclat métallique**. Assez vite l'analyse élémentaire écarta l'idée de chromogènes différents ou à des concentrations relatives différentes. La cause était ailleurs. Tout laisse penser, aujourd'hui, grâce en particulier à nos observations répétées en microscopie électronique en transmission et en conformité avec les considérations théoriques, que c'est le diamètre des nanoparticules qui va jouer, à la réflexion spéculaire, un rôle déterminant, vis-à-vis de la coloration du reflet métallique.

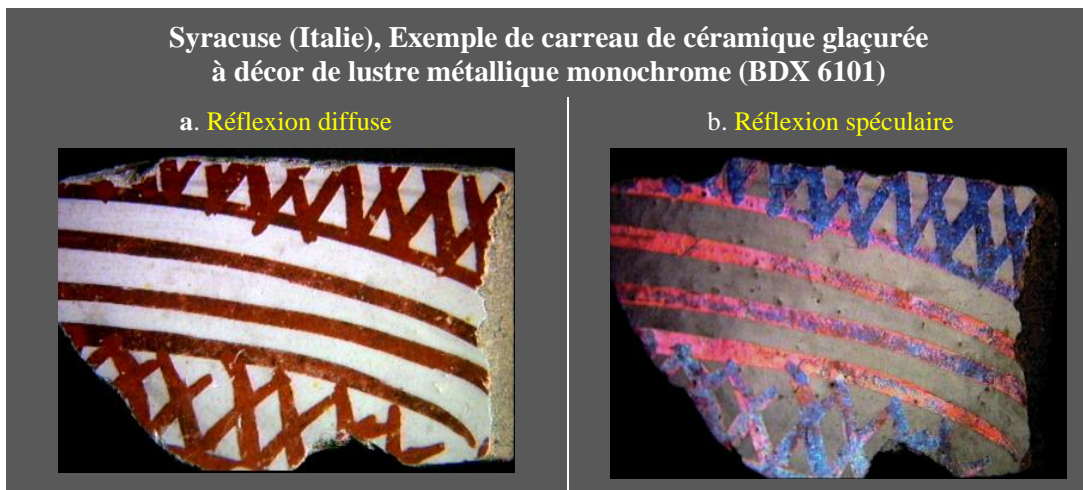


Figure n 67 : a. Le décor monochrome en réflexion diffuse est brun foncé (marron). Il ne semble pas exister de différences entre les zones de décor, celles-ci ayant toutes la même composition majoritaire en cuivre (ph : CRP2A, 2000).

b. En réflexion spéculaire on observe deux teintes de reflets très différents : orange ou bleu. Étant donné que la composition et la matrice sont les mêmes dans les 2 cas, c'est la seule dimension des particules qui est responsable de cette différence (ph : CRP2A, 2000).

3.5.II. Analyse spectrale

Quelques spectres représentatifs ont été sélectionnés, parmi les travaux de notre groupe (Kairouan, Tunisie, IX^{ème} s ap J.C.) (Bobin, 2001) (fig 68 à 70) :

a/ Décor vert (fig 68 et 69)

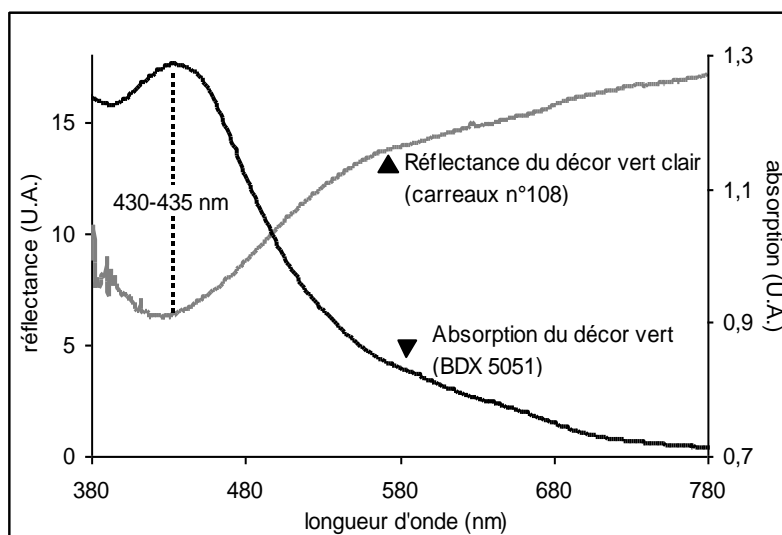
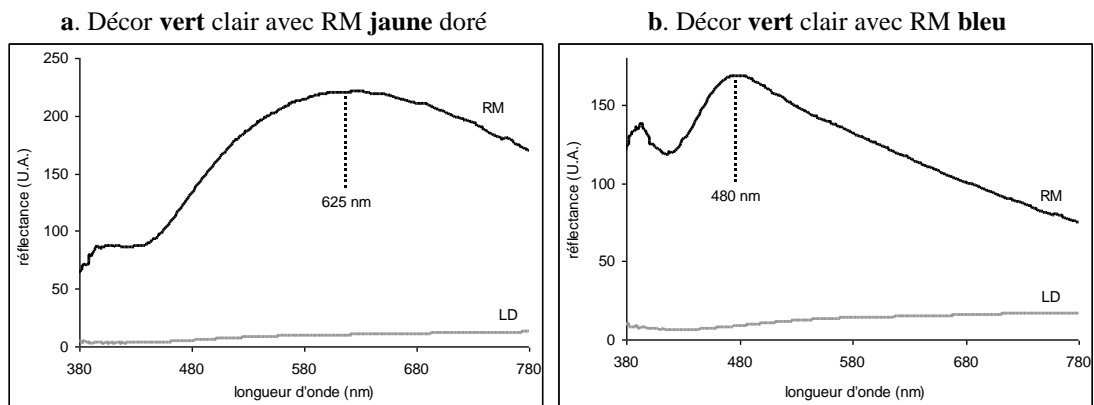


Figure n 68 : Kairouan (Tunisie). Décor vert. Spectre de réflectance du décor vert clair du carreau n°108 et spectre d'absorption du décor vert de l'échantillon BDX 5051. On constate la symétrie des deux spectres.



LD : lumière diffuse ; RM : reflet métallique

Figure n° 69 : Kairouan (Tunisie). Carreau à décor monochrome vert n°108.

a. Spectres de réflectance du reflet métallique jaune doré (RM) et du décor vert foncé observé en lumière diffuse (LD). Réflectance maximale vers 625 nm.

b. Spectres de réflectance du reflet métallique bleu (RM) et du décor vert clair observé en lumière diffuse (LD). Réflectance maximale vers 480 nm.

b/ Décor brun (clair et foncé) (fig 70)

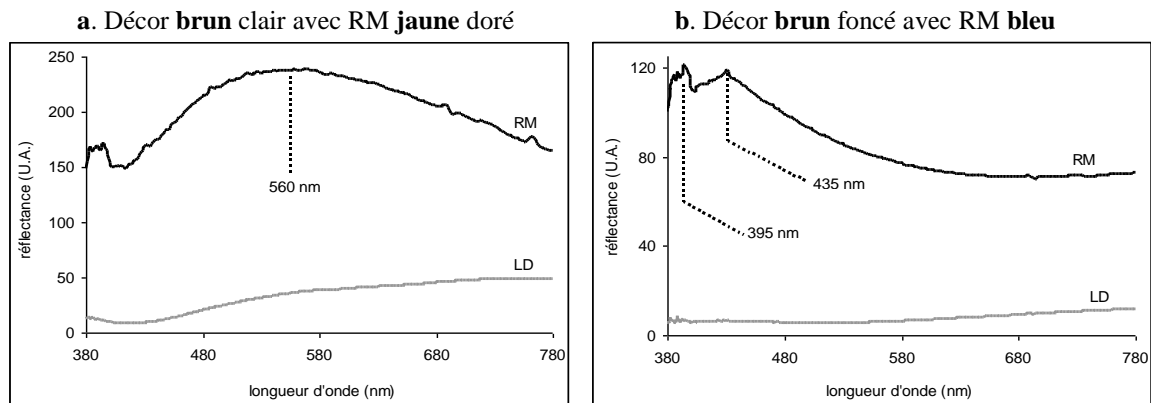


Figure n° 70 : Kairouan (Tunisie). Carreau à décor polychrome vert, brun et ocre jaune n°154.

a. Spectres de réflectance du reflet métallique vert (RM) et du décor ocre jaune observé en lumière diffuse (LD). Bande de réflectance centrée vers 560 nm.

b. Spectres de réflectance du reflet métallique bleu (RM) et du décor brun observé en lumière diffuse (LD). Bandes de réflectance centrées vers 395 et 435 nm.

3.6. Interprétation de la couleur du décor

Comme nous l'avons signalé, nos expériences ont peu à peu donné des résultats que nous avons pu comparer aux données théoriques, résumées dans une analyse de M. François Vallée⁸ (Vallée, 2007) et qui sont en accord avec la littérature correspondante (Mie, 1908 ; Bobin *et al.*, 2001 ; Bobin *et al.*, 2003, Borhen et Huffman, 2004). On peut dire que globalement, « ça marche »... Cependant, il faut convenir que les **développements théoriques simplifient** singulièrement le problème en considérant, pour un métal déterminé (par sa « constante diélectrique »), d'un côté les « **grosses** » nanoparticules, d'un autre, les « **petites** ».

⁸ LASIM, CNRS-Université Lyon 1, Groupe FemtoNanoOptics

En réalité, les deux catégories sont presque toujours présentes et évidemment, « **mélangent** » leurs effets. Néanmoins, on peut retenir :

a/ La diffusion observée en réflexion diffuse est faible mais essentiellement due aux plus grosses particules :

- Les grosses d'**argent** par exemple diffusent dans le **bleu-vert** (entre 450 et 500 nm) et dans le **rouge** (à partir de 650 nm) : la couleur résultante se situe entre 570 et 580 nm : c'est le **vert-olive** que l'on observe (fig 71a).

- Les grosses de **cuivre** diffusent dans le **rouge** à partir de 600 nm. C'est la teinte observée (rougeâtre) sur les céramiques espagnoles (fig 71b).

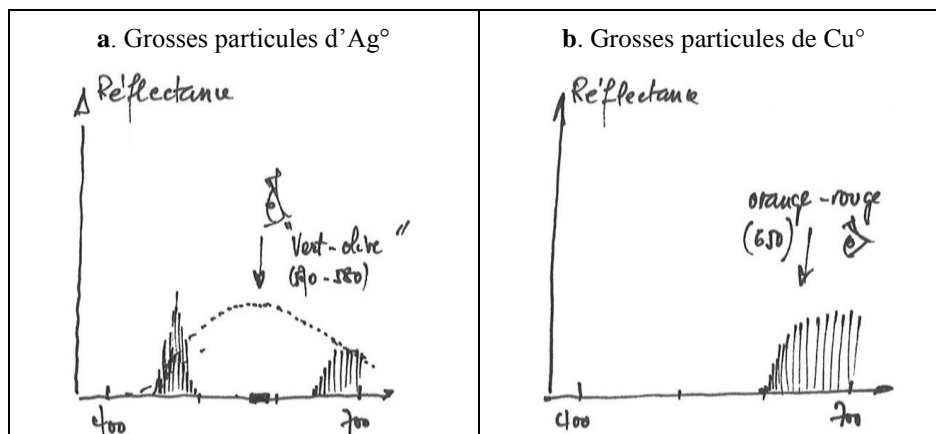


Figure n 71 : Dans le cas des grosses particules (≥ 100 nm), la diffusion est prépondérante. a. Elle s'effectue dans le vert pour l'argent. b. Dans l'orange-rouge pour le cuivre (croquis : C.Ollagnier et M.Schvoerer, 2010).

Si on **mélange** les deux métaux (Kairouan par exemple où l'on a quelques grosses particules), on **combine** le **vert-olive** de l'argent et le **rougeâtre** du cuivre et on obtient le **brun** observé (fig 72).

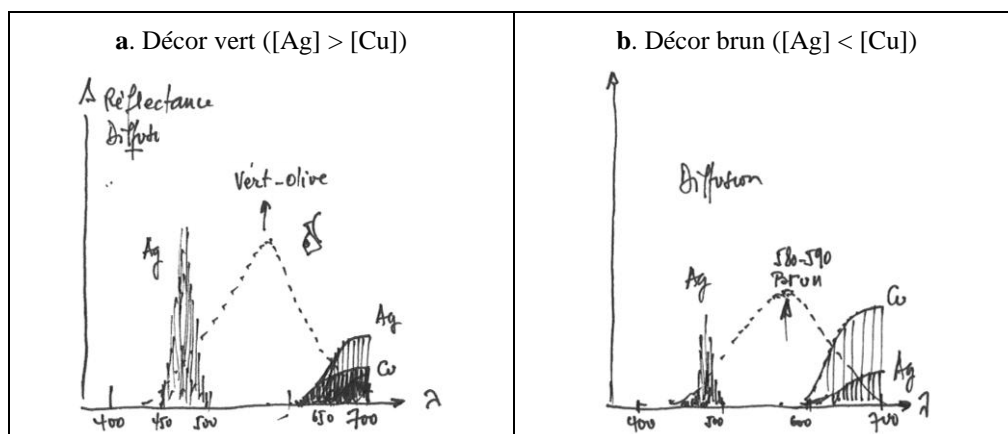


Figure n 72 : Dans le cas des grosses particules (≥ 100 nm), la diffusion est prépondérante.

a. Dans le cas d'un décor où l'argent prédomine, la diffusion dans le bleu-vert (Ag) amène la couleur vers les petites longueurs d'ondes, donnant une teinte verte au décor (croquis : M.Schvoerer, 2010).

b. Dans le cas d'un décor où le cuivre prédomine, la diffusion orange-rouge (Ag + Cu) va dominer. Le décor est brun, c'est-à-dire orangé foncé (croquis : C.Ollagnier et M.Schvoerer, 2010).

b/ La résonance plasmon qui ne s'observe qu'à la réflexion spéculaire est intense et essentiellement due aux petites particules :

Les **plasmas** des **petites particules** d'**argent** ou de **cuivre** présentent tous deux une absorption résonnante assez proche l'une de l'autre, vers 420 nm (**violet – bleu**, autour de 3 eV).

- S'il n'y a que des **petites particules** (argent ou cuivre) on verra donc un **reflet** métallique intense et **violet ou bleu** dans les deux cas (fig 73).

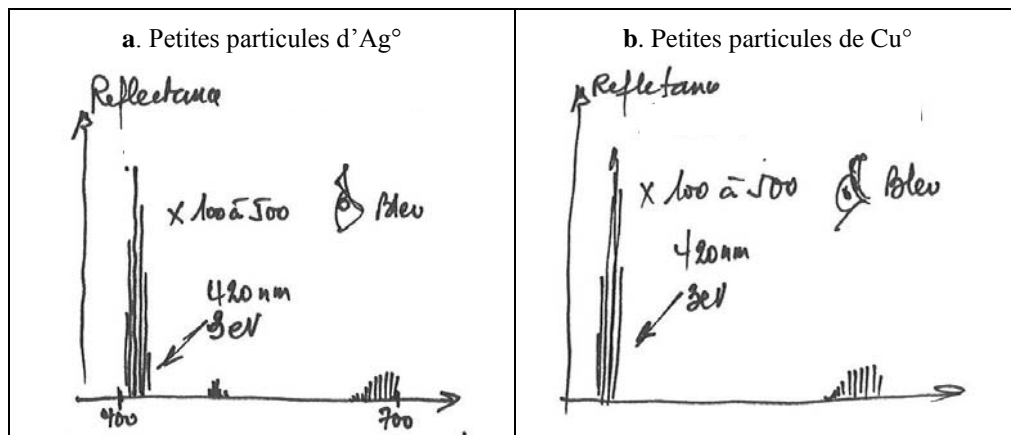


Figure n 73 : Dans le cas des petites particules (≤ 30 nm), la résonance plasmon est prépondérante.

L'argent et le cuivre ayant tous deux une intense absorption résonnante vers 420 nm, elle domine l'effet de la diffusion. Le décor apparaît alors d'une couleur violet-bleu intense (croquis : C.Ollagnier et M.Schvoerer, 2010).

- Si certaines **particules sont moins petites**, le **reflet** est de moins en moins intense et se **déplace** vers les **grandes longueurs d'onde** : le reflet va parcourir tout l'espace **visible**, en gros du bleu au doré (fig 74). C'est bien ce que l'on observe

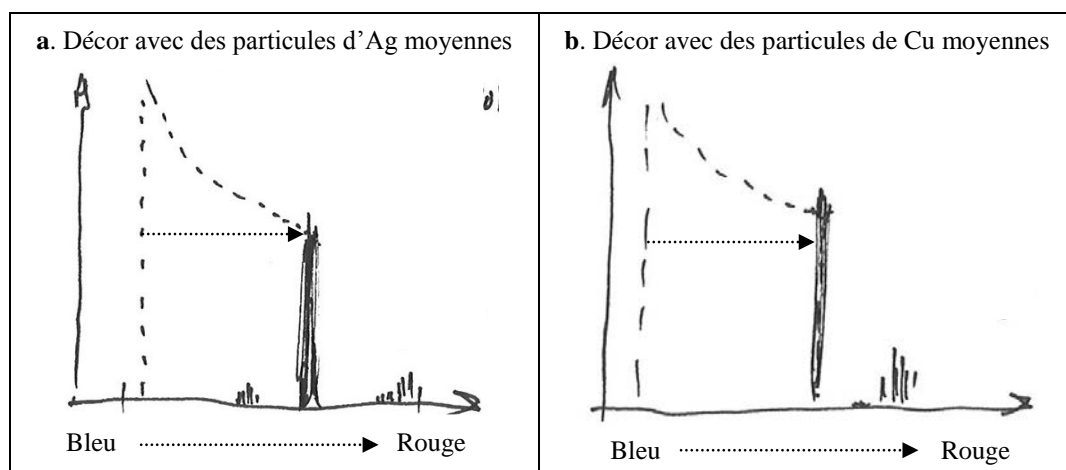


Figure n 74 : Dans le cas des moyennes particules (30 à 100 nm), la résonance plasmon prédomine. Le plasmon de l'argent et du cuivre, situé autour de 420 nm dans le bleu-violet, se déplace en fonction de la dimension des particules. Plus leur diamètre augmente, plus la résonance se déplace vers le rouge en perdant de l'intensité, la diffusion devenant non négligeable.

C'est ce décalage, lié à la dimension des particules qui est responsable de l'existence de reflets métalliques de différentes couleurs dans le visible (croquis : C.Ollagnier et M.Schvoerer, 2010).

3.7. Exemples, à partir de cas concrets :

Nous prenons ici un exemple concret avec le fragment de carreau à décor de lustre polychrome de Kairouan (Tunisie, IX^{ème} s ap J.C.) BDX 6475. Le décor de cet échantillon a été caractérisé physiquement (Bobin, 2001) et la répartition de ses composants, observée en microscopie électronique en transmission (dans le cadre de ce travail). Il est caractérisé par (fig 75) :

- des zones de décor **vert** associé à un reflet **doré**,
- des zones de décor **brun clair** (ocre jaune) à reflet **turquoise**,
- des zones de décor **brun foncé** (marron) à reflet **bleu**.

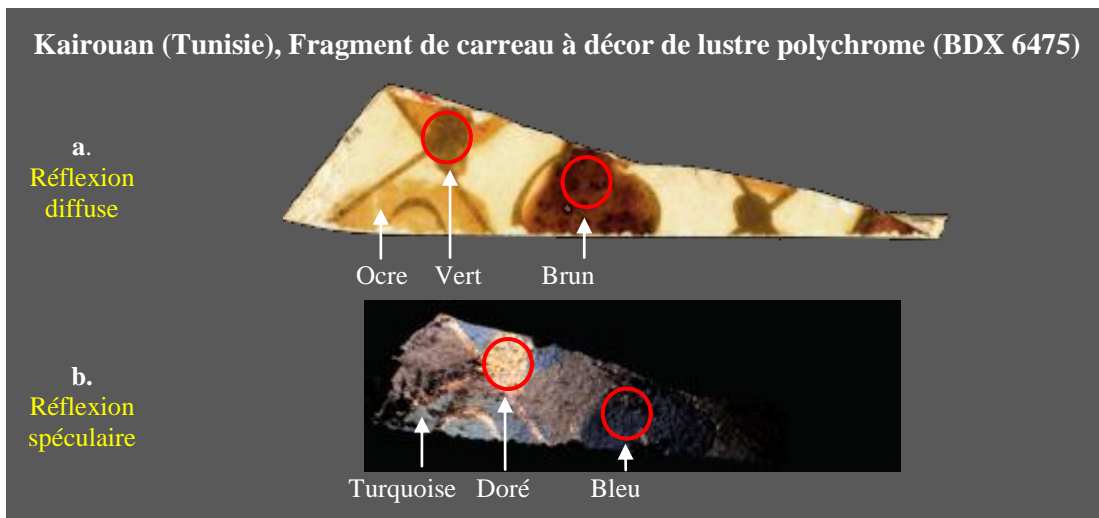


Figure n 75 : Les zones entourées correspondent aux prélèvements effectués pour l'observation en microscopie électronique en transmission. Il n'a pas été possible de prélever au niveau du décor ocre en lumière diffuse.

a/ Premier cas, le vert en lumière diffuse avec un reflet doré (Kairouan : BDX 6475)

L'analyse a montré que dans ce cas, on a **75 % d'argent** (25 % de cuivre) et des **particules sphériques** dont le diamètre a été mesuré : elles sont en majorité plutôt **petites** (<15 nm) mais quelques **moyennes** (30 à 60 nm) et quelques **grosses** (jusqu'à 80 nm) sont disséminées dans la couche de particules (fig 76a).

- En lumière **diffuse**, les plus **grosses particules d'argent**, imposent leur **diffusion**, dont la résultante est comme on l'a vu, **vert-olive**.

- À la **réflexion spéculaire**, c'est une autre fraction des particules qui « entre en action » et dont l'effet prédomine : celles dont les dimensions déterminent une résonance plasmon dans le jaune orange (reflet « doré ») (fig 76b), c'est-à-dire de **dimensions intermédiaires**, ni petites ni grosses...

b/ Deuxième cas : Le brun en lumière diffuse à reflet bleu de Kairouan (BDX 6475)

Dans ce cas, on a **25% d'argent** (75 % de cuivre) et là encore, une gamme importante de petites particules sphériques, mais aussi quelques moyennes à grosses (fig 77a).

- En lumière **diffuse**, les plus **grosses particules de cuivre** imposent leur **diffusion** et la teneur relativement élevée en cuivre « tire » la couleur de l'ensemble vers les grandes longueurs d'onde avec une résultante dans le brun (orange foncé).

- À la **réflexion spéculaire**, dans la mesure où la proportion de **petites particules est élevée**, ce sont elles qui imposent leur intense résonance, autour de 3 eV, c'est-à-dire dans le **bleu** (fig 77b).

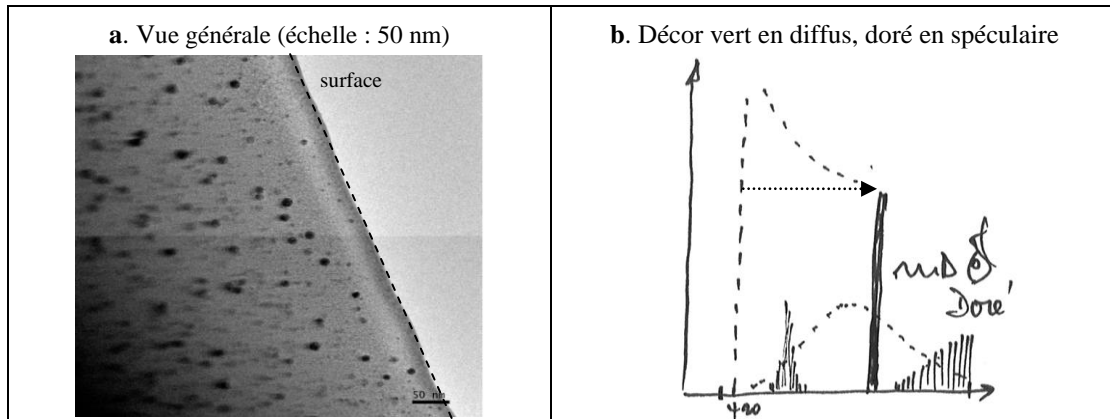


Figure n 76 : a. Observé en microscopie électronique en transmission, le décor doré présente une majorité de petites particules, auxquelles se mêlent moyennes et grosses. b. Ces moyennes et grosses particules vont déplacer la résonance plasmon du bleu au jaune (sur l'image une seule particule de 30 nm). (croquis : C.Ollagnier M.Schvoerer, 2010).

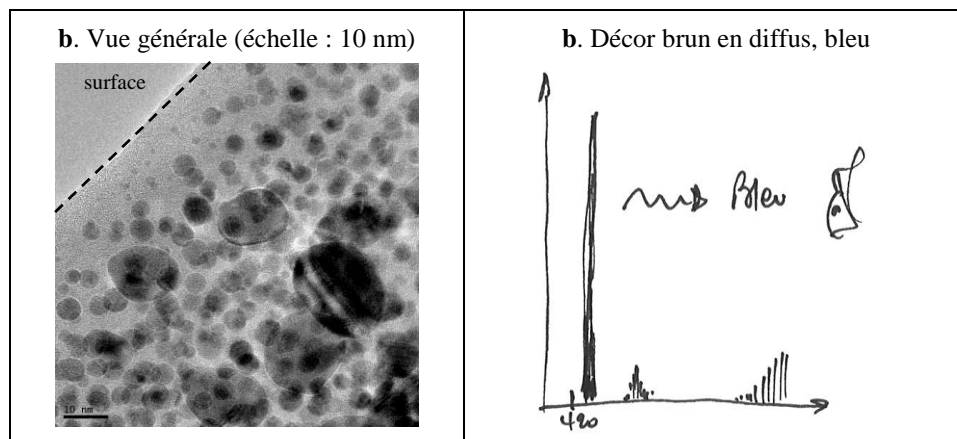


Figure n 77 : a. Observé en microscopie électronique en transmission, le décor bleu présente une majorité de petites particules, auxquelles se mêlent quelques moyennes (sur l'image une seule particule de 30 nm). b. Cette majorité de petites particules impose la résonance bleue qui domine très largement la diffusion. La couleur du reflet est alors bleue (croquis : C.Ollagnier et M.Schvoerer, 2010).

4. Bilan de l'approche théorique

Le même raisonnement est valable pour d'autres échantillons anciens ou re-crédés qui furent caractérisés. Nous l'avons systématiquement testé et évalué après chaque campagne de « cuissons ».

On trouve là, une **explication au caractère apparemment aléatoire** (empirique) de nos tentatives de re-création et de celles des céramistes professionnels. En fait, le **hasard n'a aucune place** dans l'affaire et la réussite dépend de **très nombreux paramètres** que l'on a bien du mal à maîtriser en raison de l'échelle où tout se passe. C'est tout le problème.

Il est vraisemblable de penser que nous nous sommes rapprochés, par nos tâtonnements et essais méthodiques du secret de l'Homme de Bagdad.... C'était notre ambition.

IV. Composition, préparation et application du mélange lustrant

*Pour re-cr  er le mod  le choisi, les carreaux de c  ramique gla  ur  e    d  cor de lustre m  tallique de Kairouan (IX^{  me} s ap J.C.), un travail en plusieurs   tapes est n  cessaire. En gros, sur le **support** pr  par   (terre cuite + gla  ure), on applique un **m  lange lustrant** qui donnera apr  s cuisson le d  cor de lustre m  tallique.*

Aucun m  lange lustrant/d  p  t n'ayant   t   trouv   sur les objets ou lors de fouilles, seuls les textes anciens (trait   d'Abu'l Qasem et du Joaillier de Nishapur) et les analyses physiques fournissent des informations sur la composition et la pr  paration de ces m  langes :

- Composition : la partie min  rale des m  langes lustrants contenait g  n  ralement des sels m  talliques d'argent et de cuivre, de l'ocre, du fer et du soufre, chaque composant a son r  le    jouer pour g  n  rer le d  cor ou le prot  ger de la r  oxydation durant le traitement thermique.

- Pr  paration : les mati  res premi  res pr  alablement choisies,   taient broy  es, tamis  es puis additionn  es de vinaigre pour ioniser les constituants des sels m  talliques. Le m  lange plus ou moins liquide,   tait alors appliqu   au pinceau sur les objets    d  corer, puis apr  s s  chage, cuit en atmosph  re r  ductrice dans un four adapt   ou con  u    cet usage. La pr  paration du m  lange lustrant est un facteur d  terminant pour la r  ussite du d  cor de lustre m  tallique, car il conditionne la p  n  tration du m  tal dans la matrice vitreuse ainsi que sa r  duction.

Les trait  s fournissant (a priori) des recettes comprenant la composition, ainsi qu'une partie de la pr  paration ; il a   t   d  cid   d'en tester quelques unes pour   valuer l'impact des diff  rents mat  riaux employ  s et du protocole de cuisson propos   par les auteurs.

***Mots-cl  s:** C  ramique gla  ur  e ; Reflet m  tallique ; M  lange lustrant ; Abu'l Qasem Al Kashani ; Argent ; Cuivre ; D  cor de lustre m  tallique ; Four ; Joaillier de Nishapur ; M  taux ; Ocre ; Vinaigre.*

1. Les m  langes lustrants cit  s dans les trait  s anciens

1.1. Recettes rapport  es par des trait  s anciens

Les trait  s d'Abu'l Qasem al Kashani (d'apr  s les traductions d'Allan, 1973 ; Barry, 1995 et Rouhfar, 2004) et du Joaillier de Nishapur (d'apr  s Vesel *et al*, 2000 ; Porter, 2003) donnent **26 recettes** de d  cors de **lustre m  tallique** sur c  ramique gla  ur  e ou sur verre, pratiqu  es en Iran entre le XII et le XIV^{  me} s ap. J.C. (tableau 26). Le Joaillier en cite 24 tandis qu'Abu'l Qasem en cite seulement deux.

Les auteurs indiquent avec les concepts et les connaissances de leur temps, les **compositions**, leur **proportions** et donnent quelques **informations** sur la **pr  paration** de ces m  langes (« piler », « concasser », « tremper au vinaigre », etc.) et les protocoles de **cuisson** (tableau 26).

Certains termes n'ont pu   tre traduits, d'autres ont **plusieurs interpr  tations**, diff  rents auteurs ayant travaill   sur les trait  s. Il faut ainsi prendre en compte ces approximations, auxquelles s'ajoutent nos propres h  sitations, qui ne sont plus li  es    la linguistique, mais    la c  ramologie et aux re-cr  ations.

Liste des composés utilisés pour la réalisation des décors de lustre métallique évoqués dans les traités anciens (du Joaillier de Nishapur et d'Abu'l Qasem al Kashani)			
Termes cités dans les traités	Sens donné à ces termes	Traité du Joaillier de Nishapur (1196 ap. J.C.)	Traité d'Abu'l Qasem al Kashani (1301 ap. J.C.)
Alun du Yémen	$KAl(SO_4)_2$	X ²	
Argent calciné/grillé	Sulfate (Ag_2SO_4) ou/ et Sulfure (Ag_2S)	X ²	X ³
Blanc d'étain	Cassitérite (SnO_2)	X ²	
Cinabre	HgS	X ²	
Cuivre calciné/grillé	Sulfate de cuivre ($CuSO_4$) ou Sulfure de cuivre (CuS)	X ²	X ³
Cuivre rouge	Cu	X ²	
Hématite	Fe_2O_3 ou ocre rouge	X ²	X ³
Indigo	indigotine	X ²	
Khôl	PbS	X ²	X ³
Lapis lazuli	$(Na, Ca)_8(Al, Si)_{12}O_{24}S_2 FeS-CaCO_3$.	X ^{2,5}	
Limaille de fer	Fe	X ²	
Limaille de laiton	Alliage cuivre + zinc	X ^{1,2}	
Litharge	PbO	X ²	
Malachite	$CuCO_3, Cu(OH)_2$	X ²	
Manganèse	Pyrolusite (MnO_2)	X ⁵	
Marcassite argentée	Sulfure de fer (FeS_2)	X ²	X ³
Marcassite dorée	Sulfure de fer (FeS_2)	X ²	X ³
Minium	Oxyde de plomb (Pb_3O_4)	X ²	
Natron	$Na_2CO_3, 10 (H_2O)$	X ²	
Œuf	Albumine	X ²	
Or	Au	X ²	
Orpiment	Sulfure d'arsenic (As_2S_3)	X ²	X ³
Oxyde de cuivre	Oxyde cuivreux (Cu_2O) ou cuivrique (CuO)	X ²	
Pyrolusite	MnO_2	X ²	
Quartz	Quartz (SiO_2)	X ²	X ^{3,4}
Réalgar	Sulfure d'arsenic (AsS)	X ²	X ³
Scorie d'argent	Ag	X ²	
Sel	$NaCl$	X ² ,	
Soude	$NaOH$	X ^{2, 5}	
Soufre blanc	Sulfate de Ca ($CaSO_4 2H_2O$)	X ²	
Soufre jaune	S	X ²	
Vert-de-gris	Acétate de cuivre ($Cu(C_2H_3O_2)_2$)	X ²	
Vinaigre	$CH_3-CO-OH$	X ²	X ³
Vitriol bleu	Sulfate de cuivre ($CuSO_4 5H_2O$)	X ²	
Vitriol jaune	Sulfate de fer ($FeSO_4$)	X ²	X ³
Vitriol vert	Sulfate de cuivre ($CuSO_4$) ou de fer ($FeSO_4$).	X ^{2,5}	
Zinc	ZnO	X ²	

Tableau n 26 : Liste des composés issus des traités dont nous avons trouvé une proposition d'interprétation :

1. Traité du Joaillier de Nishapur d'après Afshar (Afshar, 1966) ;
2. Traité du Joaillier de Nishapur d'après Porter (Porter, 2003) ;
3. Traité d'Abu'l Qasem al Kashani d'après Allan (Allan, 1973) ;
4. Traité d'Abu'l Qasem al Kashani d'après Barry (Barry, 1995) ;
5. Traité d'Abu'l Qasem al Kashani d'après Rouhfar (Rouhfar, 2004).

1.2. Informations extraites des traités anciens et commentaires (actuels)

De leur étude, interprétation et analyse, on peut tirer plusieurs informations :

- L'utilisation de **cuivre** et/ou d'**argent** sous des formes variées (sulfates, sulfures, acétates, etc.). On les trouve en tant que poudres, copeaux, etc. (tableau 26).
- L'emploi récurrent de **composés à base de fer** (**hématite**, **vitriol jaune**, etc.) Qui pouvaient être utilisés comme liants ou comme réducteurs internes au mélange lustrant (tableau 26).
- La présence systématique de **composés soufrés**. Le **soufre** (lui aussi réducteur) est mentionné dans la préparation du métal (**métal grillé avec du soufre**) et sous forme de **composés soufrés** dans le mélange lustrant lui-même (**alun**, réalgar, **khôl**) (tableau 26).
- Les mélanges contiennent parfois des **éléments** qui ne semblent **pas intervenir** dans la formation du décor de lustre métallique mais dans la composition des **glaçures** (étain) Ou de **liants** à froid notamment pour l'application de l'or sur verre ou glaçure (blanc d'œuf) (tableau 26).
- Tous les mélanges lustrants sont trempés ou broyés dans du vinaigre **vinaigre/verjus*** (tableau 26). L'utilisation d'un **acide** est nécessaire pour ioniser les **métaux** au sein du mélange lustrant avant pénétration dans la glaçure.
- Les mélanges étaient longuement pilés/**broyés**. Jusqu'à 24h selon Abu'l Qasem, ce qui dénote une très grande **finesse** pour une forte réactivité du mélange lustrant employé.
- Le mélange lustrant une fois appliqué sur **verre** ou **glaçure** était « cuit » soit dans un **four prévu à cet effet**, soit dans un four comprenant un laboratoire de réduction appelé « **l'enfumeur** »

1.3. Perception de l'existence d'un reflet métallique coloré dans les traités anciens

*Caractéristiques des sortes de couleurs que l'on apporte aux vaisselles et sortes de [céramique] de Kâshân, d'Esfahân, de Syrie, de Chine et autres dans la mesure où ces **couleurs**, bien sûr, **soient réussies** et qu'elles ne soient **pas défectueuses** [...]*

Extrait du chapitre 4 du traité du Joaillier de Nishapur. Recette n°1 (Porter, 2003).

*[...] Dissoudre alors le tout dans du verjus ou du vinaigre et en peindre les objets désirés, puis les placer dans un deuxième four construit à cette fin, et les enfumer légèrement pendant 72 heures, jusqu'à ce qu'ils atteignent la couleur des deux feux [qui est comme l'or]. Lorsqu'ils sont froids, les retirer et les frotter avec de la terre humide afin que la **couleur dorée** ressorte. [...] Ce qui a été régulièrement mis au feu **réfléchi** comme de l'**or rouge** et brille comme la lumière du soleil.*

Extrait du paragraphe 27 du traité d'Abu'l Qasem (Allan, 1973).

a/ *Le reflet métallique coloré* : Les traités du Joaillier de Nishapur (1196 ap. J.C.) et d'Abu'l Qasem (1301 ap. J.C.) apportent des informations sur le fait que les hommes du passé percevaient l'**existence** du **reflet métallique coloré**. Le texte du **Joaillier de Nishapur** fait mention de **couleurs** qui doivent être « réussies ». Produire une couleur en **réflexion diffuse** est relativement **simple** ; en revanche, créer un **reflet métallique coloré** est bien plus **complexe**. La difficulté est multipliée lorsqu'il s'agit de réaliser, côte à côte des reflets de couleurs différentes. C'est pourtant ce que réussissait couramment « **l'homme de Bagdad** »

qui a fabriqué les carreaux de Kairouan. Cela laisse à penser que l'auteur parle du reflet métallique et non de la couleur diffuse.

b/ *Lustres réussis ou ratés* : Dans son ouvrage (Kato, 1982), Takuo Kato indique qu'il arrivait à produire environ **20 % de « beaux lustres »** par cuisson, c'est-à-dire des pièces présentant sur toute leur surface décorée un reflet métallique coloré. Les objets ne présentant pas de reflet métallique sur toute leur surface étaient considérés comme des **rebus**. On peut supposer qu'il en était de même pour les productions évoquées par le Joaillier et par Abu'l Qasem. Une couleur est mentionnée pour chaque recette (bleu, vert, or, caméléon, etc.), mais il n'est jamais indiqué s'il s'agit de couleur en réflexion diffuse ou spéculaire.

c/ *Couleur du reflet métallique* : Un siècle après le Joaillier, Abu'l Qasem décrit le lustre métallique comme quelque chose qui « **réfléchit comme de l'or rouge et brille comme la lumière du soleil** ». L'or rouge est un or riche en cuivre de couleur **rose-rouge** qui présente, une réflexion rose-rouge intense. L'emploi de l'or était interdit dans la vaisselle (Fatawaislam, 2010) mais Abu'l Qasem devait tout de même connaître ce métal pour le décrire ainsi. Le soleil et la mention de cuivre rouge nous indiquent que la couleur du reflet recherché/créé devait aller du jaune or au rouge de cuivre et qu'il présentait un **fort éclat métallique**.

d/ *Réflexion diffuse/spéculaire* : Au vu des textes on peut penser que les **céramistes** et les rédacteurs des traités avaient **connaissance du reflet métallique coloré** des décors de lustre métallique. La notion de **couleur métallique** ainsi que d'**intensité lumineuse**, deux paramètres caractérisant les lustres métalliques en sont la preuve. Il semblerait pourtant qu'ils **confondaient** couleur **diffuse** et **spéculaire**, car **une seule couleur** est **mentionnée** pour chaque recette et peut correspondre à l'un ou l'autre des deux aspects (« recette pour faire du bleu », « réfléchit comme de l'or rouge », ...)

2. Les sels métalliques

Autre sorte de rouge : argent calciné un deram, cinabre deux deram [...].
Extrait du chapitre 4 du traité du Joaillier de Nishapur. Recette n°3 (Porter, 2003).

[...] et d'un quart [d'une pièce] de cuivre grillé, et le mélangent à une pâte et le rectifient.

Extrait du paragraphe 27 du traité d'Abu'l Qasem (Allan, 1973).

2.1. Les chromogènes du mélange lustrant

5.1.I. L'argent et le cuivre comme chromogènes. Sous quelle forme ?

D'après les textes anciens et les analyses physiques réalisées sur des fragments de céramiques glaçurées à décor de lustre métallique, de l'**argent** et du **cuivre** (Bobin *et al*, 2003 ; Padovani *et al*, 2004 ; Pradel *et al*, 2006). Les recettes des traités comportent au moins l'un de ces deux métaux. Interprétation possible :

- de l'**argent calciné/grillé avec du soufre** : il peut s'agir d'un sulfate (Ag_2SO_4) ou/ et sulfure d'argent (Ag_2S),
- du **cuivre calciné/grillé avec du soufre** : le résultat doit être un sulfate de cuivre (CuSO_4) ou/et sulfure de cuivre (CuS),
- du **cuivre rouge** : poudre de cuivre métallique,

- de la **limaille de laiton** : alliage cuivre et zinc en proportions variables,
- de la **malachite** : carbonate de cuivre (CuCO_3 , $\text{Cu}(\text{OH})_2$). Ce minéral vert est utilisé comme colorant en peinture murale et manuscrit,
- de l'**oxyde cuivre** : oxyde cuivreux (Cu_2O) ou cuivrique (CuO),
- des **scories d'argent** : déchets métallurgiques ou argent travaillé à la lime jusqu'à devenir une poudre grossière,
- du **vert-de-gris** : de l'acétate de cuivre ($\text{Cu}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$). Utilisé comme colorant malgré sa toxicité. Il est issu de l'oxydation de cuivre.
- le **vitriol bleu** : sulfate de cuivre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),
- le **vitriol vert** : un sulfate de cuivre (CuSO_4) ou de fer (FeSO_4) (Allan, 1973).

2.1.II. Utilisation de métaux « purs »

Étant donné qu'il n'est fait mention dans les textes que d'un simple grillage, on peut penser que les métaux « purs » employés par les céramistes étaient déjà **affinés** et non sous forme de **minerais**. Il est par contre difficile de savoir s'ils utilisaient comme source d'approvisionnement des métaux en lingots ou des objets déjà façonnés.

Abu'l Qasem fournit quelques indices en mentionnant l'utilisation d'**argent pur** et d'un quart de **pièce** de cuivre grillé. La pièce peut être un indicateur de poids (la monnaie par exemple, servait d'étalon), ou signaler l'utilisation effective d'une monnaie limée, broyée et tamisée, pour en récupérer le métal voulu. L'emploi de pièces de monnaie comme source de métal aurait permis aux céramistes d'avoir des **métaux affinés** dont ils étaient sûrs de la **composition**, la valeur des pièces (dirham d'argent, fals de cuivre) étant garantie par le pouvoir qui bat monnaie (Leuthold, 1995).

La **qualité/pureté** du métal était **importante** pour la production du **lustre**, ce que l'on retrouve au XIV^{ème} ap. J.C. en France avec **Jehan de Valence**, céramiste espagnol venu avec ses propres copeaux de cuivre pour fabriquer des carreaux de céramique glaçurée à décor de lustre métallique destinés, notamment au Palais de Justice de Poitiers (Solon, 1907).

2.1.III. Utilisation de métaux sous forme de composés

Les traités anciens mentionnent l'utilisation de l'**argent** dans 23 des 26 recettes et dans 10 pour le **cuivre**. Cette différence n'est pas due à une prédominance de l'emploi d'argent, mais au fait que le cuivre est plus fréquemment introduit dans le mélange lustrant sous forme de **composé** (malachite, vert-de-gris, vitriol bleu, etc.), que sous forme **métallique** comme c'est le cas de l'argent (limaille d'argent et argent grillé avec du soufre).

Cette utilisation de composés résulte de la nature même des métaux. En effet, l'**argent** naturel n'étant pas abondant, on le trouve à l'état natif mais plus généralement sous forme de minerai en association avec d'autres minéraux / métaux (Foucault, 1997). C'est le cas de la **galène/Khól** (PbS), un sulfure de plomb dont l'argent est une impureté, exploitée intensivement depuis l'antiquité. Le **cuivre** était lui obtenu principalement à partir de minerais sulfurés (pyrite, etc.).

Une fois extraits, les minéraux étaient traités (broyage, coupellation, etc.) jusqu'à obtention de lingots de métal. Ceux-ci pouvaient alors être transportés, échangés et étaient facilement utilisables par les artisans (Al-Hassan, 1991).

2.2. L'argent et le cuivre calcinés/brulés au soufre

[...] du soufre blanc deux deram et demi, de l'argent calciné brûlé au soufre jaune, deux deram et demi ; on broie le tout et on le tamise puis on le trempe au vieux vinaigre et on peint ce qu'on veut [...].

Extrait du chapitre 4 du traité du Joaillier de Nishapur. Recette n°8 (Porter, 2003).

[...] et d'un quart [d'une pièce] de cuivre grillé, et le mélangent à une pâte et le rectifient. Un quart de ceci est mélangé à six dirhams d'argent pur qui a été brûlé [avec du soufre] et est rectifié sur une pierre pendant vingt-quatre heures jusqu'à ce que cela soit extrêmement parfait.

Extrait du paragraphe 27 du traité d'Abu'l Qasem (Allan, 1973).

2.2.I. Préparation des sels métalliques

On remarque que l'argent et le cuivre ne sont pas introduits directement dans le mélange lustrant mais **préparés** par des **calcinations** avec ou sans **soufre** comme le précise les traités du Joaillier de Nishapur et d'Abu'l Qasem (tableau 27).

Les métaux utilisés pour le lustre métallique étaient donc systématiquement préparés avant leur utilisation.

Traités	Mentions de l'argent	Mentions du cuivre
Traité du Joaillier (11 ^{ème} s ap. J.C.)	- Argent calciné brûlé avec du soufre - Argent calciné - Argent calciné avec du soufre	- Cuivre brûlé avec du réalgar - Cuivre calciné - Cuivre calciné au soufre
Traité d'Abu'l Qasem (14 ^{ème} s ap. J.C.)	- Argent « grillé » - Argent « pur grillé » avec du soufre	- Cuivre « grillé »

Tableau n 27 : Les différentes mentions d'argent et de cuivre métalliques indiqués dans le traité du Joaillier de Nishapur et d'Abu'l Qasem al Kashani. On constate que les métaux sont toujours grillés/calcinés, avec ou sans introduction de soufre jaune. Les métaux utilisés pour le lustre métallique sont donc systématiquement préparés avant d'être introduits dans le mélange lustrant.

2.2.II. Pourquoi griller des métaux au soufre ?

Selon la littérature de l'argent et du cuivre calcinés avec du soufre peuvent donner suivant l'atmosphère de cuisson des **sulfates** (Ag : Ag_2SO_4 et Cu : $CuSO_4$) ou des **sulfures** (Ag : Ag_2S et Cu : CuS). (Perez Camps, 1998 ; Porter, 2003). La **calcination** d'un métal sans soufre est courante car elle permet d'oxyder les métaux qui se broient plus facilement.

L'introduction de **soufre** est plus inhabituelle car le traitement des minerais bruts souvent sous forme de sulfures, consiste justement à retirer le soufre. La calcination de l'argent et du cuivre avec du soufre semble donc **paradoxe**.

2.2.III. Grillage d'argent et de cuivre pour la re-création au laboratoire

a/ *La calcination* : **Calciner** du métal avec du soufre est une **opération simple** et rapide qui nécessite peu de technicité et peut être réalisée par des céramistes. Des essais de **grillage** ont été effectués au laboratoire sur des poudres d'argent et de cuivre de granulométrie fine (1 μm en moyenne). Le métal a été mélangé soigneusement avec du soufre

en poudre, la masse étant calculée pour produire l'équivalent d'un **sulfure de cuivre** (CuS) ou d'**argent** (Ag₂S) (exemple : pour produire Ag₂S il faut moitié moins de soufre que d'argent). Le grillage a été effectué au laboratoire en four électrique en atmosphère **oxydante**, selon un protocole rapide : montée de 300°C/h, palier à 500°C durant 10 minutes, puis descente de 300°C/h.

b/ *Température de calcination* : Le soufre commençant à se sublimer autour de 90°C, à entrer en fusion à 115°C puis en ébullition à 440°C (Lide, 1996), on a choisi de griller le mélange soufre/métal à **500°C**. Les températures de fusion de l'argent et du cuivre étant bien supérieures à celle du soufre (fusion du cuivre : 1084°C ; de l'argent : 961°C), ce type de cuisson ne risquait pas d'altérer les métaux par une **fusion** non souhaitée. On espère ainsi **associer** correctement métal et soufre pour former des sulfates et/ou des sulfures. Les composés obtenus se présentent sous forme d'une masse granuleuse grise (argent) ou brune (cuivre) qui est facilement désagrégée à la spatule.

c/ *Produits obtenus* : Le mélange métal/soufre devant produire notamment des **sulfures**, on a décidé d'effectuer une comparaison entre un **métal grillé** avec du **soufre** et des **sulfures** (grillés et non grillés). Les particules de **sulfure d'argent** tamisées à 60 µm et de couleur gris sombre avant cuisson, sont devenues d'un gris très clair après grillage. Après chauffage elles se détachent et se broient bien plus facilement qu'avant le grillage (les grains s'aplatissaient et adhéraient au mortier). Le **sulfure de cuivre** avant grillage se présente sous forme d'une poudre noire à reflets bleutés, de faible granulométrie mais tout aussi difficile à broyer. Après cuisson on obtient une pellicule gris sombre rugueuse, qui adhère au creuset et qui est très difficile à broyer en raison de sa compacité.

Nos analyses effectuées en diffraction de rayons X, ont confirmé la **transformation** des métaux. On obtient après calcination au soufre avec :

- la **poudre d'argent** : de l'argent métallique, du sulfate d'argent (Ag₂SO₄) et du sulfure d'argent (Ag₂S) ;
- la **poudre de cuivre** : du cuivre métallique, du sulfate de cuivre (CuSO₄) et du sulfure de cuivre (CuS) ;
- le **sulfure d'argent** : de l'argent métallique et du sulfate d'argent (Ag₂SO₄) ;
- le **sulfure de cuivre** : du cuivre métallique et du sulfate de cuivre (CuSO₄).

2.2.IV. Essais de re-crédation à partir de colorants grillés ou de sulfures naturels

a/ *Mélanges lustrants* : Des mélanges colorants ont été réalisés avec de l'**argent calciné avec du soufre** ou du **sulfure d'argent** (déjà préparés ou non grillés) et de l'**ocre rouge** en rapport 1 par de sels métalliques pour 5 d'ocre. Ils ont été cuits au four à bois durant la même montée en température en atmosphère réductrice (durée : 2 heures). Le cuivre étant difficile à réduire (partie V du chap 2.), le choix s'est porté sur l'argent.

b/ *Couleurs en réflexion diffuse* : Les décors en réflexion diffuse présentent pour l'**argent** des teintes **vertes** (fig 78). On constate que les couleurs des décors réalisés avec les **sulfures non grillés** (Pe : 28.16 %) ou les **métaux en poudre** (grillés Pe : 39.2 % et non grillés Pe : 27.49 %) sont **plus saturés** (au sens chromatique) que ceux obtenus avec les sulfures grillés avec du soufre (Pe : 21.74 %) (tableau 28).

c/ *Couleurs en réflexion spéculaire* : La présence de reflets métalliques est moins nette, sans doute en raison de l'hétérogénéité de la réduction (fig 78). Les expériences réalisées par la suite ont tout de même permis d'observer le même phénomène qu'en réflexion diffuse, à savoir une **saturation** plus importante de la couleur des décors, lors de l'utilisation de métaux grillés avec du soufre ou de sulfures non grillés.

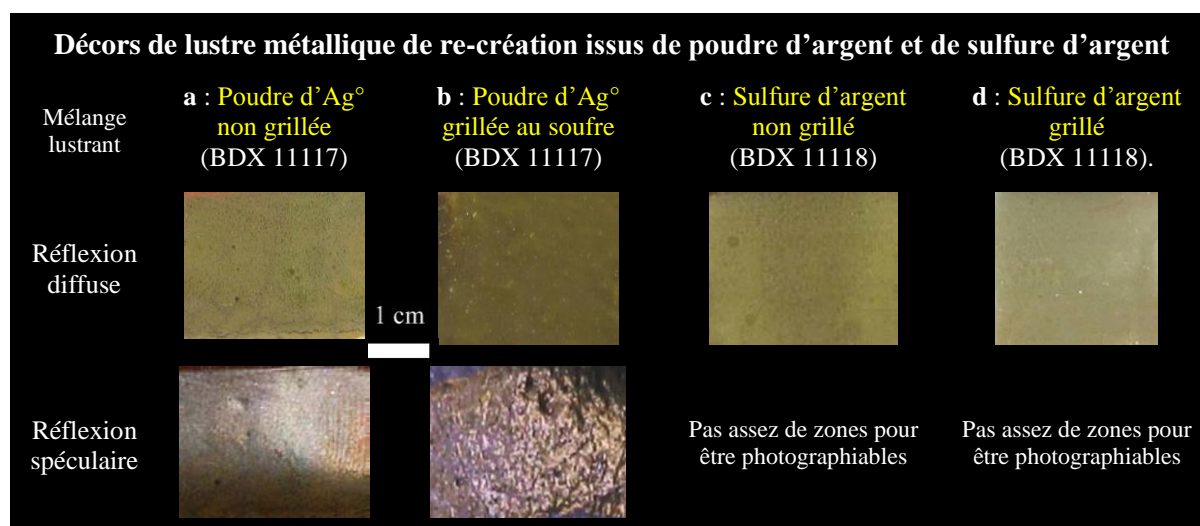


Figure n 78 : Vues des détails d'échantillons de re-création dont les décors sont issus de mélanges à base de poudre d'argent (a et b) ou de sulfure d'argent (c et d). Les décors en réflexion diffuse présentent des teintes vertes plus ou moins saturées. Le décor à l'argent grillé avec du soufre (b) présente une couleur plus saturée que le décor avec la poudre non grillée (a). La couleur en réflexion diffuse du décor aux sulfures non grillés est plus saturée que celle des grillés (c et d). Les décors à l'argent (grillé et non grillé) présentent des reflets métalliques orange ou rose. La saturation plus élevée dans le cas de métaux grillés au soufre, explique le choix des céramistes. L'absence de reflets pour les décors au sulfure d'argent est attribuée à une mauvaise réduction.

Couleurs en réflexion diffuse des décors produits à partir de mélanges lustrants à base de sels d'argent (métaux ou sulfures) grillés ou non au soufre.					
		BDX 11117 (argent non grillé)	BDX 11117 (argent grillé au soufre)	BDX 11118 (sulfure d'argent)	BDX 11118 (sulfure d'argent grillé)
Couleur perçue visuellement		Vert	Vert Saturé	Vert	Vert Pâle
Domaine chromatique		Jaune	Jaune	Jaune	Jaune
Longueur d'onde dominante λ (nm)		577	578	577	576
Pureté d'excitation (%)		27.49	39.2	28.16	21.74
Coordonnées Y, x, y	Y	8.996	13.29	11.1	26.25
	x	0.3525	0.3768	0.3656	0.3558
	y	0.3669	0.3867	0.3767	0.3735
Coordonnées L*a*b*	L*	35.98	38.02	39.75	58.27
	a*	0.7918	2.398	1.69	0.2258
	b*	9.955	20.22	13.79	16.25

Étant donné que certains décors ne présentent pas de reflet métallique mesurable, seuls les résultats en réflexion diffuse sont présentés à titre comparatif.

Tableau n 28 : Coordonnées chromatiques en réflexion diffuse (spectroradiométrie). Les décors en réflexion diffuse présentant visuellement des teintes vertes se situent dans le quart jaune-vert. On constate que les couleurs des décors réalisés avec les sulfures non grillés (Pe : 28.16 %) et les métaux en poudre (grillés Pe : 39.2 % ; non grillés Pe : 27.49 % et) sont plus saturés que ceux obtenus avec les sulfures calcinés au soufre (Pe : 21.74 %). Bien que faible (2 nm) l'écart de teinte est bien réel et perceptible sur les objets finis. Le meilleur rendu étant celui des métaux calcinés au soufre, on comprend mieux son emploi par les céramistes, alors qu'il semblait aberrant au départ (normalement on retire le soufre des métaux plutôt que de l'ajouter).

2.2.VI. Utilisation de métaux grillés au soufre plutôt que de sulfures

L'astuce des céramistes anciens étant d'utiliser des **composés soufrés**, on peut supposer qu'ils employaient des poudres d'argent et de cuivre grillées avec du soufre pour obtenir des polysulfures. On constate que cette pratique améliore la **saturation des décors** en réflexion diffuse, le soufre aidant à la réduction des métaux contenus dans la glaçure. Il est possible qu'il y ait eu aussi utilisation de sulfures naturels, bien que ceux-ci devaient être difficiles à broyer et contenaient des impuretés. La pratique (re-création) recoupe ainsi les textes qui mentionnent l'usage des **métaux purs**, pour leur facilité de travail et d'association avec le soufre, indispensable à la réduction du mélange lustrant et à l'obtention d'un décor.

2.3. L'acétate de cuivre ou vert-de-gris

*Autre sorte semblable à l'onyx coloré (veiné ?) : argent calciné au soufre jaune et réalgar un deram, manganèse un deram et demi, **vert-de-gris** un dânak, cinabre un demi dânak, vitriol bleu un demi dânak, le tout est pilé et trempé au vieux vinaigre [...]*

Extrait du chapitre 4 du traité du Joaillier de Nishapur. Recette n°24 (Porter, 2003).

2.3.I. Production de vert-de-gris

Le **vert-de-gris**, se compose principalement d'**acétate de cuivre** ($\text{Cu}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$) (Lide, 1996) et est issu de l'oxydation naturelle du cuivre par l'air. Il était employé couramment pour les peintures murales mais aussi en production céramique, malgré sa toxicité (Rhodes, 2006). Ainsi on le retrouve comme source de cuivre dans 14 recettes traduites du Joaillier de Nishapur (Porter, 2003), mais pas dans les recettes d'Abu'l Qasem (Allan, 1973).

Les céramistes le **produisaient** en immergeant de la limaille/copeaux de **cuivre grillé** dans du **vinaigre**. Après plusieurs jours ou semaines (selon la température ambiante) la couche de vert-de-gris formée sur les copeaux devient suffisamment épaisse pour pouvoir être raclée et récupérée. Une fois sèche elle était conditionnée dans des récipients hermétiques et opaques, l'acétate étant photosensible.

2.3.II. Utilisation d'acétate de cuivre dans les re-créations au laboratoire

a/ *Avant 2003* : L'acétate de cuivre a été utilisé comme principale (voir unique) source de cuivre pour les re-créations de décor de lustre métallique entreprises au laboratoire du CRP2A jusqu'en 2003. Pour les céramistes contemporains, la mention dans les recettes de cuivre et de vinaigre ne pouvait qu'aboutir à la formation d'**acétate de cuivre**, d'où son utilisation. L'acétate de cuivre est la seule source de cuivre de 5 des recettes issues des textes anciens, le cuivre et l'argent calcinés / grillés avec du soufre étant prépondérants.

Il a été constaté lors des re-créations effectuées au laboratoire avant 2003 que les décors obtenus à partir de mélanges contenant des **acétates** (cuivre et/ou argent) présentent en réflexion diffuse des couleurs peu saturées malgré l'existence de reflets métalliques colorés.

b/ *Après 2003* : Du vert-de-gris a été produit au **laboratoire** en trempant de la **poudre de cuivre** dans du **vinaigre**. Après 5 jours de séchage à l'étuve à 40°C, le vert-de-gris apparaît sur les bords du support. Il se présente sous forme de fragments serpentiformes ou oblongs à texture légèrement duveteuse, accrochés aux parois d'où le vinaigre s'est évaporé. Les essais effectués avec la glaçure de re-création présentent les mêmes défauts que les re-créations antérieures, les décors étant peu saturés et ayant tendance à diffuser dans la matrice vitreuse.

c/ Source du problème : Ce manque de saturation est probablement dû au fait que les **acétates se décomposent** à basse température (vers 250°C) (Lide, 1996), ce qui entraîne une réduction précoce du métal. Au final, moins de métal a été réduit car il en a pénétré moins à l'état de cations dans la matrice vitreuse d'où la faible saturation observée.

Le vert-de-gris est donc une source de cuivre intéressante mais elle ne doit pas être employée seule sous peine de conduire à des couleurs peu saturées en réflexion diffuse. Qui plus est, il demande des jours, voir des semaines de préparation pour l'artisan, est toxique et ne doit pas être exposé longtemps à la lumière sous peine de s'altérer.

2.4. Autres composés d'argent et de cuivre

Autre sorte de couleur lapis : tutie sept parts, manganèse quatre parts, had (?) deux parts, cuivre calciné une part, lapis deux parts, marcassite une part, cinabre trois parts, réalgar une part, malachite une part, alun du Yémen une demi part, argent calciné au soufre six parts, le tout est trempé au vinaigre et on l'utilise.

Extrait du chapitre 4 du traité du Joaillier de Nishapur. Recette n°14 (Porter, 2003).

Autre sorte [or] : argent calciné un deram, marcassite dorée 16 qerât, vert-de-gris trois qerât, vitriol bleu 5 qerât, scorie d'argent deux deram, le tout est trempé au vinaigre [...]

Extrait du chapitre 4 du traité du Joaillier de Nishapur. Recette n°5 (Porter, 2003).

Plusieurs matériaux comportent naturellement du cuivre. C'est le cas de la **malachite** (carbonate de cuivre (CuCO_3 , $\text{Cu}(\text{OH})_2$), un minéral vert utilisé pour la coloration des glaçures (vert ou turquoise ioniques selon le fondant). Le minéral était broyé puis introduit dans le mélange glaçurant. On trouve aussi l'**oxyde de cuivre** (oxyde cuivreux (Cu_2O) ou cuivrique (CuO)), le **vitriol bleu** (sulfate de cuivre (CuSO_4)) et le **vitriol vert** (sulfate de cuivre (CuSO_4)) (Allan, 1973 ; Porter, 2003).

Quelques composés métalliques semblent provenir d'ateliers métallurgiques. C'est le cas du **cuivre « rouge »**, qui est issu d'un minerai traité puis broyé jusqu'à devenir une poudre rouge (Al-Hassan, 1991). On trouve aussi les **scories d'argent** qui peuvent soit être des déchets de la métallurgie, soit du métal / objet en argent travaillé à la lime jusqu'à devenir une poudre grossière. Le dernier composé, est de la **limaille de laiton**, un alliage de cuivre et de zinc. Nos analyses effectuées sur décors n'ayant jamais mis en évidence du zinc (Bobin, 2003), on peut supposer que le laiton n'était pas utilisé tel quel, mais traité pour en récupérer uniquement le cuivre.

En résumé,

On compte peu de matières premières sources d'argent (limaille d'argent et argent grillé avec du soufre), contrairement au cuivre qui se trouve sous différentes formes dans plusieurs matériaux (cuivre grillé avec du soufre, cuivre rouge, malachite, vitriol bleu, etc.). Si ces composés métalliques ne contenaient pas naturellement du soufre, on leur en ajoutait par calcination. Le choix des céramistes se portait sur l'argent et le cuivre ou bien sur leurs composés, lesquels étaient systématiquement conditionnés avant d'être employés dans la fabrication du décor de lustre métallique.

3. L'utilisation de composés à base de fer

3.1. « L'hématite » comme liant

*Autre sorte de jaune : tutie verte, cuivre calciné, marcassite argentée, une part de chaque, scorie d'or, vert-de-gris de Homs et **hématite**, une part et demi de chaque, une part d'argent calciné dans l'orpiment et le soufre, on trempe le tout au vinaigre et on l'emploie.*

Extrait du chapitre 4 du traité du Joaillier de Nishapur. Recette n°16 (Porter, 2003).

*En fait, l'**hématite** avec l'argent grillé donnent le même résultat. Ce qui a été régulièrement mis au feu réfléchit comme de l'or rouge et brille comme la lumière du soleil.*

Extrait du paragraphe 27 du traité d'Abu'l Qasem (Allan, 1973).

3.1.I. L'emploi d'ocre et/ou l'hématite

Pour être appliqué convenablement et se « fixer » sur la pièce durant la cuisson, le mélange lustrant doit avoir une certaine cohérence donnée par un **liant**. Dans les recettes récentes allant du XVIII^{ème} s ap. J.C. à nos jours (Bojani, 1999, Caiger-Smith, 1989) ce liant est une **argile**, le plus souvent une **ocre**. Les traités d'Abu'l Qasem et du Joaillier du Nishapur ne mentionnent pas l'emploi d'argile mais d'une matière traduite comme étant de l'**hématite** (minéral gris/noir de formule Fe_2O_3). L'**ocre rouge** étant une argile riche en hématite et sa poudre ayant la même couleur (le trait de l'hématite est rouge) il est possible que les mésopotamiens et persans aient confondus.

On pourrait aussi penser qu'ils n'employaient pas d'ocre pour les mélanges lustrants, pourtant deux paramètres indiquent le contraire :

- dans son traité **Abu'l Qasem** parle de **dissoudre** le mélange lustrant dans du vinaigre. L'**hématite** n'est **pas soluble** dans le **vinaigre** mais l'**ocre** l'est,
- plusieurs essais réalisés au laboratoire ont montré qu'**aucun** des **composés** du mélange lustrant ne peut servir de **liant** hormis l'**ocre**, les autres produits formant après séchage une croûte poudreuse qui n'adhère pas à la glaçure.

L'interprétation et la pratique laissent ainsi penser que la présence d'argile, par le biais de l'ocre (jaune ou rouge), était **nécessaire** pour **lier** les différents éléments du mélange lustrant.

3.1.II. Les ocres employées pour la re-création

a/ *Les ocres* : L'ocre se trouve dans la nature mêlée à des sables (l'ocre représentant ≈ 20 % de la masse). La plus courante est l'**ocre jaune** (colorée par la goethite ($FeO(OH)$)), la **rouge** plus rare, pouvant être produite artificiellement par **calcination** de la jaune. Les céramistes ont longtemps préféré employer l'ocre rouge à la jaune, celle-ci ayant tendance à se **fendiller** légèrement durant la cuisson à cause de la perte d'OH (Bojani, 1999 ; Rhodes, 2006). Dans le cas des traités on a deux possibilités : soit l'utilisation d'une **ocre rouge naturelle**, soit d'une **ocre jaune calcinée**.

b/ *Choix d'une ocre* : Deux **ocres d'Apt** (Vaucluse, France) ont été employées durant les re-créations. Il s'agit d'une **ocre jaune** (BDX 7013) et d'une **ocre rouge** (BDX 7014), des kaolinites ($Al_2Si_2O_5(OH)_4$) riches en fer³⁺ (Fe_2O_3 ocre jaune : 32.87 ± 0.51 % ; Fe_2O_3 ocre rouge : 30.28 ± 0.8 %) comportant quelques métaux de transition, alcalins ou alcalino-terreux (calcium, phosphore, potassium, titane) (tableau 29).

c/ *Calcination de l'ocre jaune* : De l'**ocre jaune** a été **calcinée** au laboratoire par chauffage en atmosphère oxydante à 600°C (four électrique, montée et descente de 100°C/h). L'ocre rouge obtenue, contient non plus de la goethite (jaune) mais de l'hématite (rouge). Plusieurs séries de tests (cuissons réductrices en four électrique et en four à bois) ont été effectuées, mais nous n'avons **pas** observé de **différence** au niveau du décor final (couleur et texture). On peut en conclure que les céramistes pouvaient utiliser indifféremment des ocres rouges naturelles ou obtenues par calcination de goethite.

Ocres	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	CaO	TiO ₂	Fe ₂ O ₃
Jaune (BDX 7013)	21.74 ± 0.48	42.01 ± 0.69	0.98 ± 0.17	0.52 ± 0.08	1.32 ± 0.21	0.56 ± 0.15	32.87 ± 0.51
Rouge (BDX 7014)	21.38±0.37	45.42±0.44	0.92±0.16	0.63±0.06	0.84±0.07	0.53±0.11	30.28±0.8

Tableau n 29 : Composition élémentaire d'ocres jaunes ou rouges d'Apt obtenues par fluorescence de rayons X en dispersion d'énergie. Ces argiles se composent essentiellement de silicium, d'aluminium et de fer.

3.2. Le rôle du fer dans la formation du décor de lustre métallique : comparaison entre le fer sous forme d'hématite (Fe₂O₃) ou d'ocre

3.2.I. Le fer pour réduire ou pour éviter la réoxydation des métaux ?

Le choix d'une ocre et non d'une autre **argile** pour liant (ex : celle employée pour le support céramique) pourrait être dû à la présence du **fer** que l'on trouve en quantités importantes dans les ocres (pour Apt ≈ 33 %). Le **fer** est connu pour être un **réducteur** quand il est sous forme **Fe²⁺** (Berger, 1992, Lee et al, 1992) mais pas sous forme **Fe³⁺** que contiennent notamment l'ocre, l'hématite.

L'hématite ne peut ainsi aider à la **réduction** du mélange lustrant, mais on peut supposer qu'elle a une autre fonction à savoir **éviter** la **réoxydation** du cuivre et de l'argent (Caiger-Smith, 1989). En effet pendant la réduction Fe₂O₃ sera **réduit** en **FeO**. En cas de réoxygénation (ou réoxydation) du four, l'oxygène de l'air va se **combina** préférentiellement avec **FeO** et non avec les métaux pour reformer **Fe₂O₃** (Caiger-Smith, 1989). Ainsi, les atomes d'argent et cuivre métalliques (Ag⁰ et Cu⁰) formés ne seront pas **réoxydés**, ce qui altérerait la qualité du décor de lustre métallique.

3.2.II. Fabrication de mélanges lustrants de re-création contenant du fer

Pour vérifier cette hypothèse et confirmer l'**intérêt** du **fer**, on a choisi de créer des mélanges lustrants en suivant la 2^{ème} recette d'Abu'l Qasem (argent grillé avec de « l'hématite »), dont on ferait **varier** la teneur en **fer**.

Trois types de mélanges lustrant ont été composés :

- un mélange lustrant exempt de fer : l'ocre a été remplacée par une **kaolinite** (BDX 10301) provenant d'Yviers (France). Celle-ci contient du **fer** mais seulement en **trace** (Fe₂O₃ : 0.8 ± 0,1 %),
- un mélange lustrant comprenant de la kaolinite et de l'**oxyde de fer³⁺** (poudre d'**hématite**) à hauteur de 31 % (en masse) pour obtenir l'équivalent d'une ocre rouge,
- un mélange lustrant avec de l'**ocre** rouge.

Au liant a été ajouté du **sulfure d'argent** dans différentes proportions (argent/liant) allant de 1/3 à 1/10. Le tout a été **broyé** (15 minutes) au mortier d'agate, avant d'être mélangé

à du **vinaigre** et appliqué au pinceau en une couche d'épaisseur régulière. Après séchage, les carreaux ont été cuits à 550°C en **réduction** (durée : 2 heures) au **four à fois** avec d'autres pièces. Des mélanges contenant du sulfure de cuivre ont aussi été réalisés pour comparaison, mais le cuivre étant difficile à réduire et les résultats peu concluants, ils ne seront pas évoqués.

3.2.III. Décors de re-création réalisés à partir d'un mélange lustrant contenant du fer

Les décors obtenus après cuisson montrent sans équivoque de très **nettes différences** (fig 79) selon la teneur en fer des mélanges lustrants. On constate qu'en **absence de fer** le **décor** est quasiment **inexistant** en réflexion diffuse et totalement absent en spéculaire, seules quelques « tâches » (fig 79a) de décor vert très peu saturé (fig 79b) étant visibles en réflexion diffuse. Lorsque du **fer** (hématite, Fe^{3+}) est introduit dans le mélange lustrant, la surface de **décor** vert qui en résulte devient étendue et plus saturée (fig 79a et fig 79a). Malgré tout il n'y a aucun reflet métallique coloré.

Les **meilleurs résultats** ont été obtenus avec les décors dont le mélange lustrant contenait de l'**ocre** (fig 79c et fig 79d), le décor **jaune-verdâtre** en réflexion diffuse recouvre **toute la surface** et présente des **reflets métalliques colorés** (majoritairement dorés avec des zones couleurs différentes, notamment roses ou violettes, etc.). Les résultats ont été identiques pour tous les mélanges à base d'argent, quelque soit le ratio argent/liant, pourvu qu'il y ait de l'ocre.

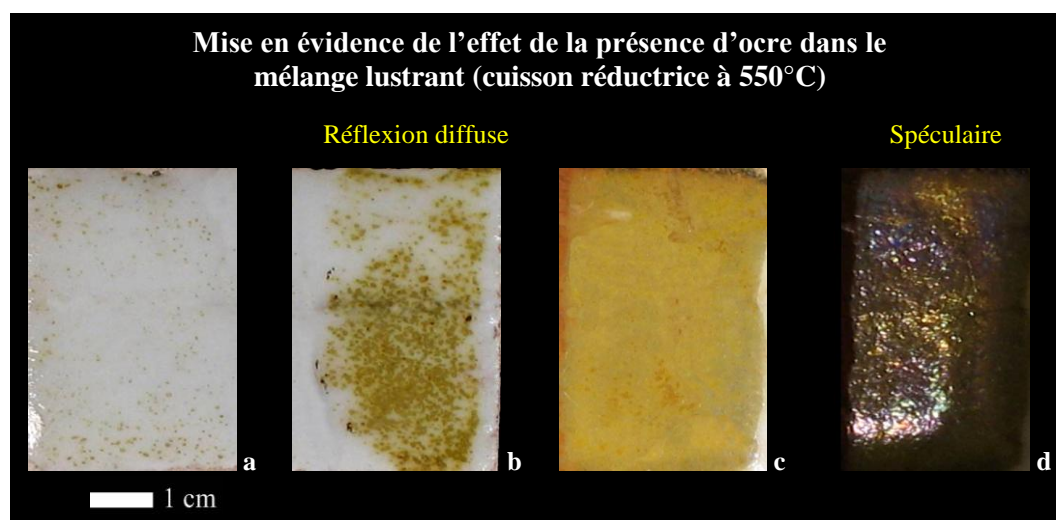


Figure n 79 : a : BDX 9694 en réflexion diffuse. Sulfure d'argent, lié avec de la kaolinite et du vinaigre, sur glaçure de re-création. Pratiquement aucun décor visible (ph : Ollagnier, 2008).

b : BDX 9693 en réflexion diffuse. Sulfure d'argent, lié avec de la kaolinite, de l'hématite et du vinaigre, sur glaçure de re-création. Faible coloration jaunâtre.

c : BDX 9683 en réflexion diffuse. Sulfure d'argent, lié avec l'ocre naturelle et du vinaigre, sur glaçure de re-création. Décor plus étendu et amélioration de la couleur jaune-verdâtre.

d : BDX 9683 en réflexion spéculaire. Reflets métalliques colorés.

3.2.IV. Observation des décors en microscopie électronique à balayage

Ces différences attribuées à la présence de fer (hématite ou ocre) s'observent aussi nettement en microscopie électronique à balayage en mode électrons rétrodiffusés (contraste de densité électronique) (fig 80a, b et c).

Dans le cas d'un décor réalisé à partir d'un mélange lustrant sans fer (sans hématite ou ocre), lorsqu'il y a peu de décor, celui-ci se présente sous forme ponctiforme (zones claires, fig 80a) qui contraste avec le fond de glaçure (zone sombre).

Avec l'introduction de Fe^{3+} (hématite) dans le mélange, les zones de décor sont plus nombreuses (fig 80b) et une certaine **unité** commence à apparaître car les parties décorées deviennent **contigües**.

Enfin, lorsque le décor est issu d'un mélange à base d'ocre, le décor occupe toute la surface de la glaçure et offre une impression d'**uniformité** (fig 80c).

Cela signifie que dans le cas des décors à base de mélanges colorants sans fer, le **cation Ag^+** n'a **pas pénétré** dans la glaçure, ou que **peu** de **nanoparticules d' Ag°** se sont formées.

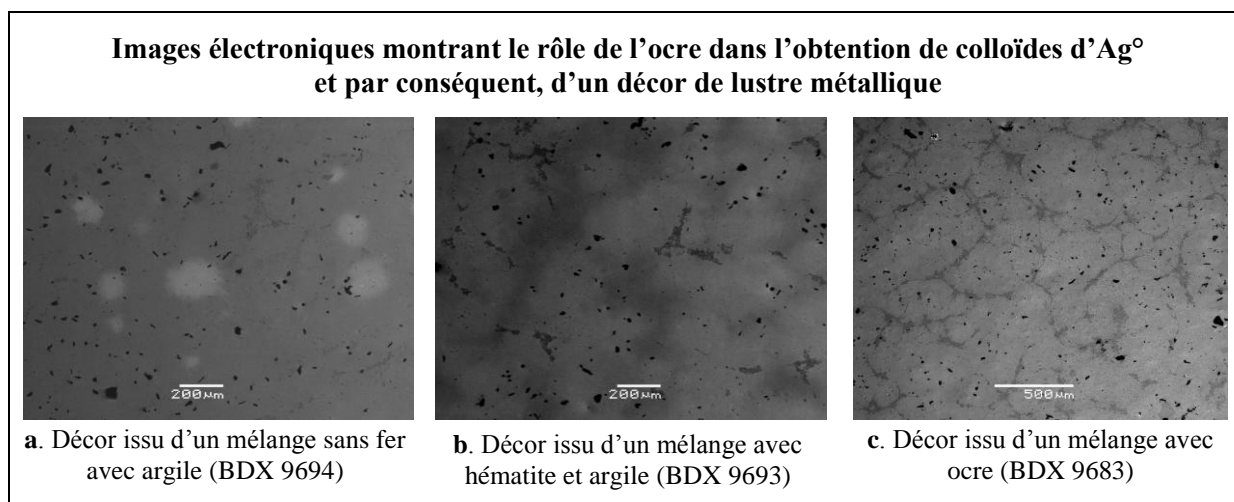


Figure n 80: a. Décor issu d'un mélange sans fer et d'argile, qui se présente sous forme ponctuelle et ponctiforme.

b. Décor obtenu d'un mélange d'argent avec hématite et argile, dont les surfaces commencent à devenir contigües. Les zones gris sombre indiquent qu'il n'a toutefois pas complètement recouvert la glaçure.

c. Décor issu d'un mélange d'argent avec ocre, qui occupe presque tout l'espace disponible et présente à l'œil une uniformité. Remarque : les grains sombres sont des quartz et feldspaths non fondus.

3.2.V. Etat de valence et teneurs en métaux des décors obtenus

a/ *En spectrométrie d'absorption optique* : Les spectres réalisés en **absorption optique** sont caractéristiques d'**argent métallique Ag°** avec des bandes à 360 nm pour le décor issu du mélange sans fer (Ahmed *et al*, 1995) et à 440 nm (Hofmeister *et al*, 1995) pour les décors issus de mélanges contenant du fer.

b/ *En fluorescence de rayons X* : Les analyses élémentaires n'ont pas détecté la **présence d'argent** dans les décors dont les mélanges ne contenaient pas de fer (hématite ou ocre) (tableau 30). Ag° ayant été détecté en spectrométrie d'absorption optique, en raison de la sensibilité de la méthode, on peut en déduire qu'il se trouve sous le seuil de détection de l'appareillage de fluorescence de rayons X (moins de 0,1 % d' Ag_2O).

Enfin, **argent** a bien été détecté dans les décors issus de mélanges qui contenaient du fer (Ag_2O : $3,97 \pm 0,73$ % pour le mélange avec Fe^{3+} et $5,68 \pm 1$ % pour le mélange avec de l'ocre), confirmant la encore, les résultats de spectroradiométrie optique.

3.2.VI. Influence du fer du mélange lustrant sur l'échange ionique

L'échange ionique entre Na^+ ou K^+ et Ag^+ et Cu^{2+} est l'un des paramètres de la formation d'un décor de lustre métallique, les alcalins de la glaçure s'échangeant avec les ions Ag^+ et Cu^{2+} , qui peuvent ainsi pénétrer dans la glaçure.

La glaçure non décorée contient 6.99 ± 0.6 % de **sodium**, teneur supérieure à celle des décors issus du mélange sans fer (Na_2O : 4.19 ± 0.09 %), ce qui indique qu'un échange ionique a bien eu lieu. Cet échange se retrouve de manière plus marquée dans les décors issus de mélanges au **fer** (Na_2O : 2.64 ± 0.19 % pour le décor issu du mélange avec Fe^{3+} et 3.23 ± 0.06 % pour le décor issu du mélange à l'ocre) (tableau 30). Aucun échange K^+/Ag^+ n'est perceptible dans ces essais, celui-ci étant semble-t-il mineur par rapport au Na^+/Ag^+ qui prédomine.

Tout laisse penser que sans fer, il y a eu peu d'**échange ionique** entre mélange et glaçure. Ainsi un mélange lustrant à base de Fe^{3+} (hématite) **favoriserait** la **formation** du **décor** de lustre métallique.

	Glaçure non décorée (BDX 10065)	Décor issu d'un MC sans fer : (BDX 9693)	Décor issu d'un MC avec fer (BDX 9683)	Décor issu d'un ML avec ocre (BDX 9683)
Na₂O	6.99 ± 0.6	4.19 ± 0.09	2.64 ± 0.19	3.23 ± 0.06
MgO	3.27 ± 0.83	3.5 ± 0.17	3.44 ± 0.16	3.51 ± 0.2
Al₂O₃	1.12 ± 0.21	1.07 ± 0.14	1.11 ± 0.17	1.22 ± 0.20
SiO₂	69.68 ± 2.22	72.87 ± 0.12	70.72 ± 0.51	69.01 ± 0.7
K₂O	3.69 ± 0.27	3.54 ± 0.09	3.46 ± 0.05	3.39 ± 0.32
CaO	4.72 ± 1.03	5.05 ± 0.07	5.25 ± 0.13	4.75 ± 0.33
Ag₂O	Nd	Nd	3.97 ± 0.7	5.68 ± 1
SnO₂	1.51 ± 0.26	1.4 ± 0.26	1.0 ± 0.26	1.1 ± 0.31
PbO	8.8 ± 0.76	8.38 ± 0.21	8.41 ± 0.13	8.11 ± 0.31
Fe₂O₃	Nd	Nd	Nd	Nd

MC : mélange colorant – ML : mélange lustrant - Les éléments absents sont non détectés : O, Cl, Mn, Fe, Cu

Tableau n 30 : L'échange ionique a eu lieu grâce à la présence de fer dans le mélange lustrant, ce qui a favorisé la pénétration des cations d'Ag⁺ et donc la formation du décor. Ce fer n'a pas pénétré dans la glaçure.

3.3. Autres composés contenant du fer

[...] couleur rouge tout à fait excellente : on prend 5 deram de manganèse, du vitriol jaune deux deram et demi, du soufre blanc deux deram et demi, de l'argent calciné brûlé au soufre jaune deux deram et demi [...]

Extrait du chapitre 4 du traité du Joaillier de Nishapur. Recette n°1 (Porter, 2003).

Prendre un man et demi de réalgar et d'orpiment, un man de marcassite dorée et argentée, un batman de vitriol jaune et un quart [d'une pièce] de cuivre grillé, les broyer et en faire une pâte [...].

Extrait du paragraphe 27 du traité d'Abu'l Qasem (Allan, 1973).

En plus de l'**ocre/hématite** (fig 81a) précédemment citée, on trouve dans les recettes, mais de manière moins systématique (tableau 26), d'autres matériaux contenant du fer :

- le **lapis lazuli** ($(\text{Na}, \text{Ca})_8(\text{Al}, \text{Si})_{12}\text{O}_{24}\text{S}_2 \text{FeS} \cdot \text{CaCO}_3$) un feldspathoïde bleu utilisé comme pierre ornementale et colorant (peintures murales, miniatures, etc.) (Foucault et Raoult, 1997). Il contient souvent un sulfure de fer (**FeS₂** ou pyrite) qui se manifeste dans la roche composite sous forme de zones à éclat métallique doré (fig 81b),

- la **limaille de fer**, est issue de fer travaillé à la lime jusqu'à devenir une poudre. Elle peut aussi provenir de déchets d'ateliers sidérurgiques,
- la **marcassite argentée** est un sulfure de fer (FeS_2) de couleur argentée, très courante dans la nature. Dans le passé elle était confondue avec la pyrite, le terme arabe *marqachita* désignant les deux minéraux,
- la **marcassite dorée**, est aussi un sulfure de fer oxydée (pyrite). Sa formule chimique est identique à celle de la marcassite argentée (FeS_2),
- le **vitriol vert** selon les sources est confondu soit avec un sulfate de fer ou **vitriol jaune** (FeSO_4) (Porter, 2003), mais c'est a priori, un sulfate de cuivre (CuSO_4) (Allan, 1973),

3.4. Facilité d'utiliser de l'ocre plutôt que d'autres composés

Des essais de re-création ont été effectués à Bordeaux avec du **vitriol jaune** (ou **sulfate de fer²⁺** (FeSO_4)) qui peut jouer le rôle de réducteur interne. Après une cuisson en atmosphère réductrice (réduction de 2 heures) on obtient un décor de couleur jaunâtre assez pâle (fig 82) ne présentant que de très rares reflets métalliques, dorés le plus souvent.

Les analyses élémentaires montrent que ces décors ne contiennent que **très peu** de colloïdes d' Ag^0 , en moyenne 0.4 ± 0.03 % d'argent en pourcentage atomique, ce qui pourrait expliquer l'absence de reflet car les décors qui en présentent un, ont d'habitude un minimum 0.8 % de métal atomique (d'après nos expériences). Peu de métal a pénétré dans la glaçure, mais celui-ci a été **réduit** comme l'indique la présence d'un décor en réflexion diffuse. L'absence de pénétration peut être due à une **erreur de cuisson** ou au fait que le sulfate de fer est systématiquement associé à d'autres composés dans les recettes (marcassite, etc.) qui participe probablement à cette pénétration.



Figure n 82: photographie en réflexion diffuse du décor jaunâtre de l'échantillon BDX 10755, issu d'un mélange colorant à base d'argent et d'ocre dans un rapport de 1/5, auquel on ajoute du sulfate de fer²⁺ (FeSO_4), (ou « vitriol jaune »). Les reflets métalliques dorés sont tellement rares (au niveau des points sombres) qu'il est impossible de les photographier (ph : Ollagnier, 2007).

D'autres matériaux contenant du fer ont été testés dans le cadre d'essais de recettes anciennes. Ils n'ont **pas** donné de **résultat satisfaisant**, trop d'éléments **interférant** probablement avec l'action du fer, ou celui-ci n'étant pas sous la **forme appropriée** (texture, potentiel d'oxydo-réduction, etc.) pour avoir une action visible sur le décor. Seule la poudre d'hématite démontre son utilité lors des essais de mélanges lustrants avec du Fe^{3+} .

En résumé

On a montré que le fer Fe^{3+} favorise la formation de nanoparticules en protégeant les colloïdes de la réoxydation durant la cuisson réductrice (lors d'une réduction partielle et/ou de la descente en température). Le fer sous sa forme la plus courante dans les mélanges colorants, à savoir Fe^{3+} , n'intervient pas en tant que réducteur, il « catalyse ». D'autres composés cités dans les traités peuvent jouer ce rôle. On retiendra qu'il s'agit des composés à base de soufre.

4. Les composés à base de soufre

*Autre sorte de rouge : argent calciné un deram, **cinabre** deux deram, vert de gris six deram, **réalgar** six deram, le tout trempé au vinaigre et le reste des opérations comme il a été dit.*

Extrait du chapitre 4 du traité du Joaillier de Nishapur. Recette n°3 (Porter, 2003).

*Prendre un man et demi de **réalgar** et d'**orpiment**, un man de **marcassite dorée** et **argentée**, un batman de **vitriol jaune** et un quart [d'une pièce] de cuivre grillé, les broyer et en faire une pâte. [...]*

Extrait du paragraphe 27 du traité d'Abu'l Qasem (Allan, 1973).

4.1. Matériaux contenant du soufre employés dans les traités anciens

4.1.1. Soufre et composés soufrés

Toutes les recettes mentionnées par le Joaillier de Nishapur et Abu'l Qasem contiennent du **soufre**, sous forme de **métal** grillé avec du soufre ou de **composés** naturellement soufrés. Ces substances que l'on retrouve dans 18 des 26 recettes contiennent du soufre souvent associé à du mercure ou à de l'arsenic. Il s'agit de :

- l'**alun** « du Yémen » : $KAl(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$, utilisé comme « mordant » (fixateur) pour la teinture des tissus,

- le **cinabre** : sulfure de mercure (HgS) de couleur rouge. Matière colorante (peintures murales, etc.) longtemps confondue avec le réalgar (AsS) de même couleur. La poussière et la vapeur sont très toxiques,

- le **khôl** : sulfure de plomb (PbS) appelé aussi galène. C'est l'une des principales sources de plomb,

- le **lapis lazuli** ($(Na, Ca)_8(Al, Si)_{12}O_{24}S_2 FeS \cdot CaCO_3$, minéral utilisé comme pigment (peintures murales, manuscrits, etc.),

- l'**orpiment** : sulfure d'arsenic (As_2S_3) jaune, employé comme colorant (peintures murales, miniatures, etc.) malgré sa nocivité (61 % d'arsenic, 39 % de soufre) (Collectif, 2009),

- la **marcassite** (**argentée** et **dorée**) : sulfure de fer (FeS_2) appelée marcassite (argentée) ou pyrite (dorée). Les deux variétés sont des sources de fer et de soufre très employées,

- le **réalgar** : sulfure d'arsenic (AsS) de couleur rouge employé en peinture murale malgré sa nocivité (70 % d'arsenic, 30 % de soufre) (Collectif, 2009),

- le « **soufre blanc** » : sulfate de calcium ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$). Il s'agit du gypse broyé,

- le « **soufre jaune** » : minéral jaune (**S**) à l'odeur forte,

- le **vitriol jaune** : sulfate de fer²⁺ (FeSO₄),

Le soufre est présent dans les recettes sous forme pure (**soufre jaune**) ou en sulfure ce qui implique que sa présence n'est **pas fortuite mais délibérée**. Certains matériaux associent soufre et fer comme le **vitriol jaune** (sulfate de fer (FeSO₄)), la **marcassite** (sulfure de fer (FeS₂)) et le **lapis lazuli** ((Na, Ca)₈(Al, Si)₁₂O₂₄S₂ FeS- CaCO₃).

La présence de lapis est quelque peu surprenante étant donné son coût et le fait qu'il n'intervient jamais dans les productions céramiques. Deux autres éléments à base de soufre se retrouvent dans la fabrication des glaçures. Il s'agit du **khôl** (la galène, un sulfure de plomb (PbS)) et du **soufre blanc** (le gypse, un sulfate de calcium (CaSO₄ 2H₂O)). Vient enfin l'**alun** du Yémen (KAl(SO₄)₂, 12 H₂O), utilisé principalement comme mordant pour les tissus, mais riche en potassium (fondant) et soufre.

4.1.II. Le soufre comme réducteur

De nombreux autres réducteurs sont souvent présents dans les glaçures : étain Sn²⁺, fer Fe²⁺, arsenic As³⁺ et As⁵⁺, antimoine Sb³⁺ (Annequin, 1992 ; Araujo, 1992 ; Berger, 1992, Lee et al, 1992, Magruder III *et al.*, 1994). Pour Kairouan, il s'agit de l'**étain Sn²⁺**, et dans une très faible proportion le fer Fe²⁺. On se trouve donc dans un milieu pauvre en réducteurs qui doit en être **enrichi** pour transformer les ions Ag⁺ et Cu⁺ en Ag⁰ et Cu⁰. L'introduction systématique de **soufre** dans le mélange lustrant pourrait être une des réponses apportée à ce problème. Mais sa présence suffit-elle ?

4.2. Essais de mélanges lustrants avec et sans soufre. Commentaires relatifs à des essais non fructueux en atmosphère oxydante.

4.2.I. Protocole employé

Des essais ont été effectués avec des mélanges colorants à base d'ocre et de poudre d'argent (rapports de 1/3 à 1/12). Une fois secs ils ont été cuits en atmosphère **oxydante** en four électrique, en suivant les protocoles de cuisson au four à bois (montée lente jusqu'à 550°C, suivie d'une descente lente). Effectuer une cuisson oxydante et non réductrice permettait d'évaluer l'impact du **soufre** en tant que **réducteur interne**, le mélange ne contenant aucun autre réducteur. Aucun test n'a été effectué avec le cuivre, celui-ci ayant besoin d'une forte atmosphère réductrice pour être transformé de Cu²⁺ en Cu⁰.

4.2.II. Résultats

Les décors issus des mélanges composés d'argent et d'ocre comportent quelques **tâches jaune-vert** éparses en réflexion diffuse mais ils ne présentent **pas de reflet** métallique (fig 83a).

Lorsqu'on introduit du **soufre** dans le mélange (argent calciné avec du soufre), le **décor** couvre de plus grandes surfaces et présente une couleur allant du **jaune miel** à l'orangé, toujours **sans reflet** métallique (fig 83b).

Notre procédé et les résultats renvoient à la technique du **jaune d'argent** qui servit à décorer les vitraux des églises européennes à partir du XIV^{ème} s ap. J.C. (Dubernet, 1997 ; Lautier, 2008). Les vitraux étaient peints avec un mélange contenant de l'ocre et de l'argent, le tout mêlé à du vinaigre. Après cuisson oxydante on obtenait un décor jaune sans reflet métallique coloré, hormis lorsqu'il se produisait localement une réduction durant la cuisson (Lautier, 2008).

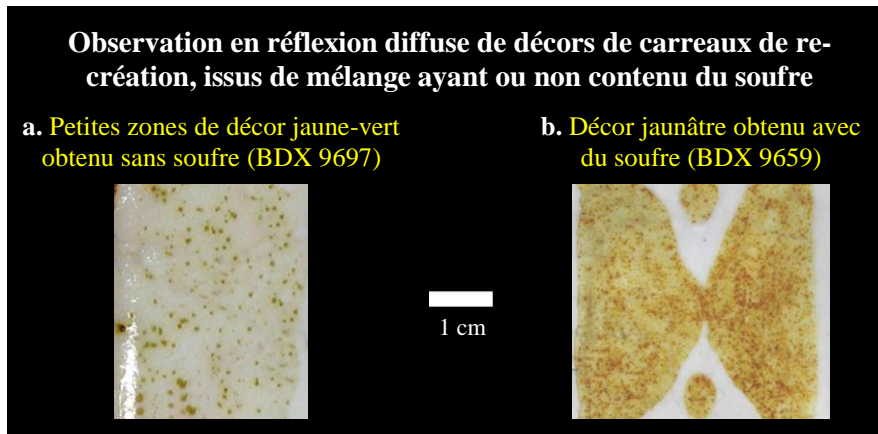


Figure n 83 : a. Le décor réalisé à partir d'un mélange sans soufre n'est fait que de quelques tâches jaune-vert sans reflet (ph : Ollagnier, 2008).

b. Le décor issu d'un mélange contenant du soufre couvre de larges zones. De couleur jaunâtre, il est parsemé de points bruns en réflexion diffuse, l'ensemble ne présentant pas de reflet métallique en spéculaire

4.2.III. Détection optique de la présence d'Ag⁰ dans les décors

Les spectres d'absorption optique du décor réalisé à partir du mélange colorant sans soufre montrent la présence de **colloïdes d'argent métallique** (épaulements à 285, 350 et 400 nm pour le BDX 9697) (Ahmed *et al*, 1995 ; Magruder III *et al*, 1991 ; Shelby et Vitko, 1982). Il en est de même pour le décor réalisé avec un mélange contenant du soufre, dont les épaulements se situent à 287 et 418 nm (BDX 9659). Dans les deux cas il y a donc eu pénétration et réduction du métal (fig 84).

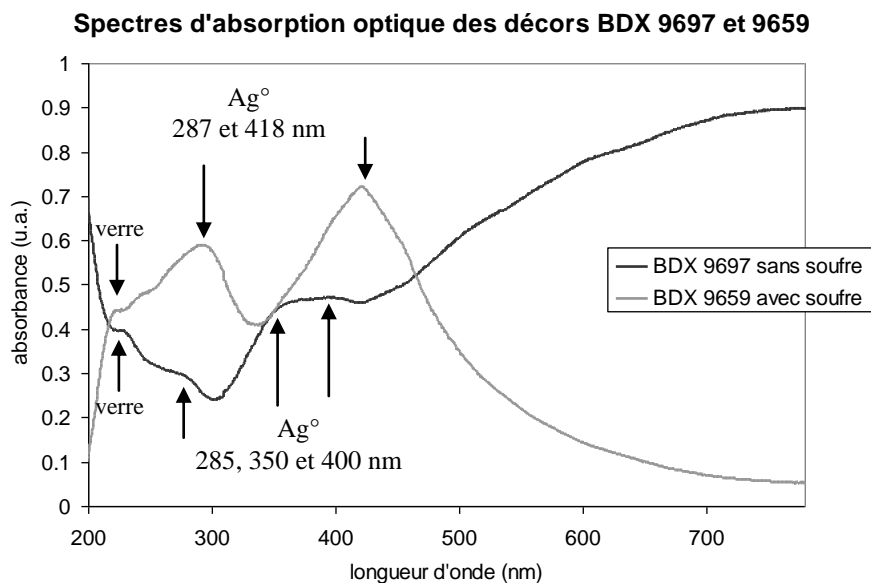


Figure n 84 : Mise en évidence de la présence de colloïdes d'Ag⁰ dans des décors de re-création

Le décor réalisé à base d'un mélange sans soufre (BDX 9697) présente un épaulement à 225 nm caractéristique de la matrice, puis des épaulements à 285, 350 et 400 nm attribuables à des colloïdes d'argent métallique.

Le BDX 9659 réalisé avec un mélange contenant du soufre présente lui aussi des épaulements indiquant la présence d'argent métallique (287 et 418 nm).

Lors d'essais en atmosphère oxydante, l'argent a été réduit, mais **sans réducteur** interne très **peu de décor** a été généré. En présence de **soufre** dans le mélange, le décor devenant homogène, on peut supposer qu'il a joué au moins partiellement le rôle d'un **réducteur** interne, permettant à plus d'ions métalliques de réduire. L'absence de reflet pourrait être due à une réduction insuffisante (nécessité d'une réduction à l'extérieur du mélange) et/ou des caractéristiques des colloïdes métalliques qui ne permettent pas d'observer de reflet (distance entre les particules, dimensions des particules).

4.2.IV. Détection de la présence d'argent en fluorescence de rayons X

Les analyses élémentaires confirment la **présence d'argent** dans le décor issu du mélange sans soufre (Ag_2O : 2.0 ± 0.4 %), ainsi que dans le décor issu du mélange avec soufre (Ag_2O : 13.01 ± 2.19 %) (tableau 31). L'existence de petites taches dans le cas du décor sans réducteur peut ainsi être corrélée à une faible teneur en métal.

Cette pénétration du métal est confirmée par la variation (entre glaçure non décorée et décorée) de la teneur en sodium, indicateur de l'**échange ionique** $\text{Na}^+ / \text{Ag}^+$ (non décorée Na_2O : 6.99 ± 0.6 %, décorée : de 2 à 4 %) (tableau 31). La même chose s'observe dans le cas du potassium (K^+ / Ag^+) mais de manière un peu moins nette (non décorée K_2O : 3.69 ± 0.27 %, décorée : de 1 à 2 %).

	Na_2O	MgO	Al_2O_3	SiO_2	K_2O	CaO	Ag_2O	SnO_2	PbO
Glaçure non décorée	6.99 ± 0.6	3.27 ± 0.83	1.12 ± 0.21	69.68 ± 2.22	3.69 ± 0.27	4.72 ± 1.03	nd	1.51 ± 0.26	8.8 ± 0.76
BDX 9697	4.63 ± 0.23	3.41 ± 0.09	1.50 ± 0.18	71.15 ± 0.47	1.96 ± 0.07	5.95 ± 0.28	2.0 ± 0.4	1.0 ± 0.2	8.41 ± 0.12
BDX 9659	2.08 ± 0.38	3.08 ± 0.29	1.21 ± 0.06	65.02 ± 1.16	1.2 ± 0.15	5.11 ± 0.4	13.01 ± 2.19	1.0 ± 0.34	8.0 ± 0.25

Non détectés : O, Cl, Mn, Fe, Cu

Tableau n 31: Composition élémentaire de décors issus de mélanges colorants sans soufre (BDX 9697) ou avec soufre (BDX 9659) (5 mesures par échantillon effectuées sur des surfaces de $2160 \times 1751 \mu\text{m}^2$ par fluorescence de rayons X en dispersion d'énergie). Ces analyses confirment la présence d'argent dans les décors fabriqués à partir de mélanges contenant ou non du soufre. La faible teneur en sodium et en potassium des décors par rapport à la glaçure non décorée est un indicateur d'un échange ionique Na^+ ou K^+ / Ag^+ .

Le peu de décor observable en réflexion diffuse en l'absence de soufre dans le mélange colorant, laisse penser que la réduction n'a pas été suffisante. On peut aussi supposer que les caractéristiques des nanoparticules présentes dans le décor (taille, profondeur de pénétration, distance entre particules) ne correspondent pas à celles nécessaires pour pouvoir observer un reflet métallique à la réflexion spéculaire. On peut en conclure que la présence de **soufre** aide à la réduction, mais elle doit être doublée d'une **cuisson réductrice** pour permettre l'apparition de **reflets métalliques** colorés.

4.3. Composés de soufre et d'arsenic

Le **réalgar** (sulfure d'arsenic (AsS), rouge) et l'**orpiment** (sulfure d'arsenic (As_2S_3), jaune), sont des minéraux très toxiques (vapeurs, inhalation prolongée des poudres), se composant d'une **majorité d'arsenic** (entre 60 et 70 %) et de soufre (30 à 40 %). Ces matériaux se retrouvent dans 6 recettes du Joaillier de Nishapur et dans la première recette d'Abu'l Qasem.

L'arsenic As^{3+} et le soufre S^{2-} étant réducteurs (Berger, 1992 ; Magruder III *et al.*, 1994), on peut penser que ces sulfures d'arsenic sont particulièrement adaptés pour réduire Ag^+ et Cu^+ . Comme pour le fer, les essais réalisés à partir des recettes du Joaillier de Nishapur et d'Abu'l Kasem n'ont pas donné de résultats satisfaisants, trop de paramètres entrant en jeu (fer, soufre, métaux, cuisson, etc.) pour qu'ils puissent être interprétés.

4.4. Composé de soufre et de mercure

Le **cinabre** (sulfure de mercure, HgS) se retrouve malgré sa toxicité, dans 13 des 24 recettes du traité du Joaillier de Nishapur (Porter, 2003), ainsi que dans un certain nombre de recettes espagnoles allant de l'époque médiévale jusqu'au XIX^{ème} s ap.. J.C. (Perez Camps, 1998). D'après des études récentes (Pradell *et al*, 2004), le cinabre serait un **réducteur** efficace notamment pour le **cuivre**.

Deux difficultés existent cependant pour évaluer son impact réel sur le décor de lustre métallique :

- le **mercure** étant un métal très volatil qui **s'évapore** autour de **400°C** (Lide, 1996), on n'en retrouve aucune trace dans les analyses physico-chimiques des décors de lustre métallique (Bobin, 2001 ; Chabanne, 2005),

- le cinabre est systématiquement **associé** dans les recettes avec d'autres **matériaux riches en soufre** (réalgar, marcassite, vitriol jaune, etc.). Il est donc **difficile** d'évaluer le rôle de chacun dans la **formation du décor**.

En résumé,

Le soufre présent dans toutes les recettes, semble indispensable pour former les colloïdes du décor de lustre métallique. Sous forme de composés soufrés (réalgar, orpiment, marcassite, vitriol jaune, etc.) aurait un second avantage, à savoir d'éviter qu'il ne se décompose en dessous de 400°C, limitant ainsi les risques de réductions intempestives. Le soufre aurait donc un double intérêt en facilitant la réduction du métal mais aussi en évitant qu'il soit réduit trop tôt, ce qui au final, altérerait la qualité du décor.

5. Les composés « étrangers »

Caractéristiques d'un talâvih grâce auquel on obtient trois couleurs sur des coupes en verre de Syrie, de couleur jaune, lapis et argent ; verre dix mesqâl, borax un mesqâl, litharge un mesqâl, manganèse un mesqâl, le tout trempé au vinaigre et on dessine les parties que l'on veut et on met dans l'enfumeur comme il a été dit, on allume et on laisse refroidir, puis on les sort et on les lave, puis on prend trois mesqâl de blanc d'étain, un mesqâl de cuivre calciné, un mesqâl de litharge [...]

Extrait du chapitre 4 du traité du Joaillier de Nishapur. Recette n°21 (Porter, 2003).

[...] Certains ajoutent du minium et du vert de gris à cette préparation. En fait, l'hématite avec l'argent grillé donnent le même résultat [...].

Extrait du paragraphe 27 du traité d'Abu'l Qasem (Allan, 1973).

Certaines recettes des traités anciens comportent des composés qui semblent **étrangers** au **mélange lustrant** (Allan, 1973 ; Porter, 2003) (tableau 26).

On trouve en majorité des éléments faisant partie des **glaçures** et non du décor. C'est le cas de fondants tels le **borax** (minéral, oxyde de bore, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), l'oxyde de **zinc** (minéral, ZnO , fondant à haute température, parfois opacifiant) (Rhodes, 2006), le **natron** (minéral, $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10(\text{H}_2\text{O})$), le **sel gemme** (minéral, NaCl) et la **soude** (NaOH). Deux **oxydes de plomb** sont aussi mentionnés. Il s'agit de la **litharge** (PbO , de teinte jaune) ainsi que du **minium** (Pb_3O_4 , de teinte rouge) tous les deux très toxiques. La litharge pourrait avoir été confondue avec d'autres matériaux jaunes comme l'**orpiment** (As_2S_3), et le minium (Pb_3O_4) rouge avec du **cinabre** (HgS) ou du **réalgar** (AsS). Ces fondants pourraient aider au **ramollissement** de la surface du verre durant la cuisson réductrice.

D'autres composants des glaçures apparaissent, tel le « blanc d'étain » (**cassitérite**) qui opacifie ou la **pyrolusite** (MnO_2 , oxyde de manganèse) qui teinte en violet ou noir selon la teneur. L'**étain** Sn^{2+} est réducteur en milieu vitreux, mais de par la texture du mélange lustrant (pâte) son action y est certainement limitée, voir nulle. La pyrolusite ne présente a priori pas d'intérêt, hormis quelques variétés contenant du fer ou du cuivre (Encyclopedia Universalis, 2009).

On remarque aussi des éléments qui ne présentent pas à priori d'intérêt pour le mélange. C'est le cas d'organiques : l'**indigo** (teintant les tissus en bleu) et l'**œuf** (utilisé comme liant dans les peintures). On sait que certains matériaux employés en Europe durant l'époque médiévale, l'étaient non pour leurs propriétés mais pour leur **couleur** dont la symbolique était importante (Halleux, 2006). Peut-être est ce aussi le cas pour certains composés entrant dans la fabrication des décors de lustre métallique.

Dernier élément « étranger », les « **scories d'or** » ce qui semble très étonnant, car il n'y a pas de métallurgie de l'or et jusqu'à présent aucun décor de lustre métallique caractérisé ne contenant pas de **colloïdes d'or**. Peut être s'agit-il de **laiton** (Cu-Zn) ou bien de pyrite dont l'aspect jaune doré, rappelle celui du métal noble. Un autre frein à l'utilisation d'or, est le Coran qui interdit son emploi pour la vaisselle. Cette interdiction englobe l'or sous forme massive ou plaquée, le métal conservant son éclat et sa couleur. Le lustre métallique avait l'avantage d'avoir des reflets dorés sans pour autant contenir d'or, ni en avoir la couleur en réflexion diffuse (Fatawaislam, 2010).

En résumé,

Une grande partie des éléments qui semblaient étrangers au mélange lustrant de premier abord y trouvent finalement une fonction, qu'elle soit intrinsèque au matériau (borax, natron, etc.) ou à ses éléments constitutifs (fer et cuivre de la pyrolusite, ...). Le reste des matériaux employés, notamment les organiques, n'interviennent pas, à priori, dans la production du décor de lustre métallique.

6. Le broyage et le tamisage

*Autre sorte de couleur rouge : on prend de la marcassite dorée et du manganèse, une part de chaque, une demi part de soufre blanc et une demi-part de vitriol, une demi-part de cinabre et une demi-part d'argent calciné ; on **pile** et on **broie le tout**, on le **passe au tamis** et on trempe au vieux vinaigre et le reste des actions de même que précédemment ; il en sortira enfin la couleur rouge.*

Extrait du chapitre 4 du traité du Joaillier de Nishapur. Recette n°2 (Porter, 2003).

*Prendre un man et demi de réalgar et d'orpiment, un man de marcassite dorée et argentée, un batman de vitriol jaune et un quart [d'une pièce] de cuivre grillé, les **broyer** et en faire une pâte. Un quart de ce mélange est mélangé à six dirhams d'argent pur, grillé avec du soufre et **moulu sur une pierre pendant 24 heures** jusqu'à ce que ce soit extrêmement fin.*

Extrait du paragraphe 27 du traité d'Abu'l Qasem (Allan, 1973).

Note : un man représente 3 kilogrammes, un batman la moitié.

Au cours de la rencontre avec le Collectif National des Céramistes Français en novembre 2000, les mélanges lustrants préparés ont été broyés durant quelques minutes, mais l'importance de ce geste n'a semble-t-il pas été mesurée sur le moment.

Le texte du Joaillier de Nishapur mentionne plusieurs types de broyage (piler, broyer) ainsi qu'un **tamisage**.

Abu'l Qasem indique lui aussi **différents broyages** dont l'un de **24 heures** pour obtenir la granulométrie la plus fine possible. Si ces opérations avaient été inutiles, les auteurs des traités n'auraient probablement pas pris la peine de les préciser (application et parfois durée). Le broyage et le tamisage faisant **partie intégrante** du processus de **fabrication** du décor de lustre métallique, ils ont été intégrés dans notre démarche de recherche.

6.1. Le broyage

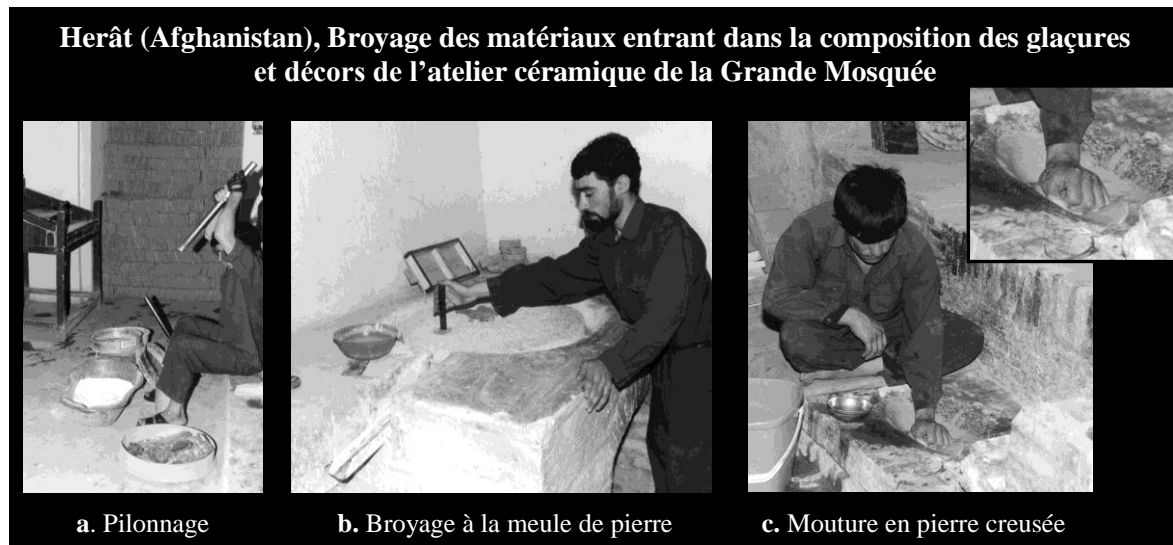
6.1.1. Les différentes phases du broyage

Plusieurs degrés de broyage sont mentionnés dans les **traités** du Joaillier de Nishapur et d'Abul Qasem : casser, pulvériser, cribler, broyer, etc. On les retrouve aujourd'hui notamment dans l'atelier céramique de la **Grande Mosquée d'Hérât** en **Afghanistan** qui fonctionne sans discontinuer depuis le XV^{ème} s ap. J.C. (Barry et al, 1995 ; Schvoerer, 2004) et conserve le savoir-faire traditionnel. Les ouvriers broient manuellement les composés selon trois techniques conduisant à une granulométrie décroissante :

- **Pilonnage** effectué à l'aide d'un pilon (bois, pierre) par percussion lancée verticale. Il sert au pilonnage/concassage des matériaux de dimensions centimétriques (pyrite, etc.) (fig 85a).

- **Broyage à la meule** de pierre (fig 85b) afin de réduire la granulométrie de la poudre grossière jusqu'à quelques centaines de micromètres.

- **Mouture** dans des pierres creusées (fig 85c). Il s'agit d'une percussion posée qui s'exerce en un mouvement d'avant en arrière ou circulaire, avec usage de liquide (eau, vinaigre, etc.). Abu'l Qasem signale que cette étape dure 24h, ce qui signifie qu'il était nécessaire d'obtenir une poudre d'une très grande finesse (consistance de talc/farine) pour produire un lustre métallique de qualité.



Figures n 85 : Cet atelier qui fonctionne à Herât sans discontinuer depuis le XV^{ème} s ap. J.C., conserve les techniques d'époque : les ouvriers broient manuellement les composés.

a. Les pilons servent au broyage grossier (ph : Vergier, 2003).

b. La meule à pierre est utilisée pour broyer les matériaux concassé (ph : Vergier, 2003).

c. La dernière étape est le broyage à l'eau dans une pierre creusée pour une mouture très fine (ph : Vergier).

6.1.II. Choix d'une méthode de broyage au laboratoire

a/ Les matières premières : Les matériaux employés pour le mélange lustrant durant cette étude ont été pour la plupart préalablement **broyés** et **calibrés** durant leur fabrication. Ils se présentent sous forme de poudre du commerce dont les grains ont une centaine de micromètres de diamètre ou moins. Les matériaux non issus du commerce (charbon, etc.) ont été calibrés, et seuls la fraction inférieure à 100 micromètres a été employée.

b/ Protocole : Les deux premières étapes (pilonnage et broyage à la meule) n'étant pas nécessaires, seule la troisième phase a été pratiquée, à l'aide de mortiers en porcelaine ou en **agate** (le quartz résistant à l'abrasion) (Foucault, 1997). Les mouvements combinent les actions du mortier (mouvement circulaire, percussion posée) et du pilon (mouvements verticaux, percussion lancée), ce qui augmente son efficacité.

c/ Cas du sulfure d'argent : Le seul matériau du mélange lustrant ayant nécessité un broyage avant utilisation est le **sulfure d'argent**, qui se présente sous forme de sphéroïdes gris non calibrés. Durant le broyage à sec (mortier en agate ou porcelaine), les particules de métal se sont écrasées, puis **agglomérées** sous l'action du pilon. La méthode a été abandonnée et remplacée avec **efficacité** par un broyage avec d'autres éléments du mélange lustrant.

Ce dernier broyage, comme mentionné dans les traités (Allan, 1973 ; Porter, 2003), doit se faire avec tous les éléments du mélange lustrant, ce qui permet ou/et facilite le fractionnement de matériaux que l'on ne peut broyer efficacement seuls.

6.1.III. En pratique

a/ La pratique : Les mélanges lustrants de re-création se composent d'ocre (rouge ou jaune) en association avec les métaux dans des **rapports variables** (masse de **métal** sur masse d'**ocre**). D'après les recettes, on a estimé que les rapports métal/charge d'ocre pouvaient varier de 1/3 à 1/12. Un mélange lustrant de re-création se compose par exemple de 2 grammes de métal pour 10 grammes d'ocre, soit un rapport de 1/5. Le broyage ne présente pas de difficulté

majeure, seuls les agrégats de sulfure d'argent « **adhérant** » au mortier. Lorsqu'ils auront atteint une granulométrie proche des autres composants, ils ne seront plus sensibles sous le pilon.

b/ *Conséquences du broyage* : Des prélèvements ont été effectués toutes les demi-heures sur plusieurs types de mélanges lustrants (acétates, sulfures, métaux, rapports métal/ocre différents, etc.), jusqu'à la fin du broyage dont la durée a variée de 1 à 6 heures. On constate au bout de 30 minutes un **changement** très net de **couleur** (de jaune à vert, brun, noir, etc.) accompagné d'un **assombrissement** en réflexion diffuse (fig 86).

Ce changement est dû au jeu de pilonnage/broyage qui **fractionne** peu à peu les agrégats métalliques. Lorsque l'on broie un isolant sombre, comme un minéral (lapis-lazuli, etc.) sa poudre est claire. Dans le cas des mélanges lustrants, nous sommes en présence de **métaux conducteurs**, ce qui inverse le phénomène, d'où l'**assombrissement** progressif constaté.

c/ *Limite du broyage manuel* : Au bout d'une durée qui variera selon la nature des métaux (de 2 à 6 heures), leur quantité dans le mélange, le matériau composant mortier et pilon, ainsi que la force du mouvement, la teinte n'évoluera plus, la granulométrie minimum pour un broyage manuel ayant été atteinte. Les mélanges ont alors une teinte qui peut être vert sombre, brune, rougeâtre ou encore noire.

Dans le passé, les responsables du broyage des mélanges lustrants, devaient utiliser la **teinte** comme un **indicateur**. Ainsi, lorsque le mélange avait atteint la bonne couleur, il devait être considéré comme être prêt à employer.

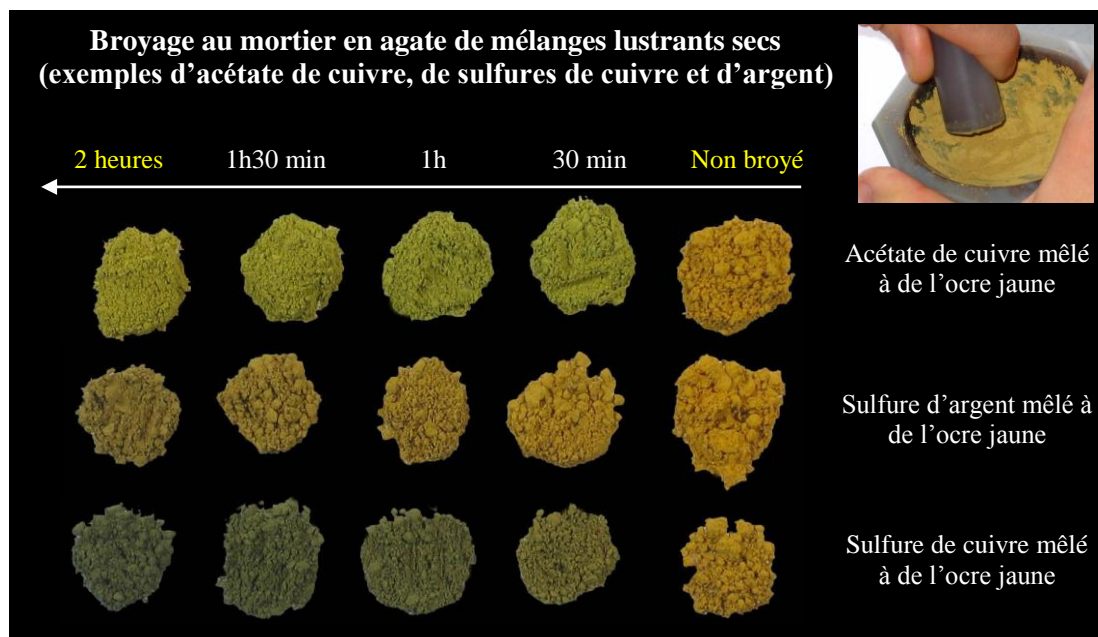


Figure n 86 : Variations de couleurs de trois mélanges lustrants durant leur broyage. Ces mélanges composés d'ocre jaune et de sels métalliques dans un rapport 1/5 ont été broyés à sec au mortier d'agate. Au bout de 30 minutes on constate un changement de couleur tirant sur le vert pour l'acétate et le sulfure de cuivre, sur le marron pour le sulfure d'argent. Plus le broyage sera long, plus la couleur s'assombriera à cause du fractionnement du métal (ph : C.Ollagnier 2005 et 2006).

6.1.IV. Mesures de couleur des mélanges lustrants broyés

La spectroradiométrie confirme qu'il y a bien un **changement de couleur** du mélange lustrant durant le broyage (tableau 32). Par exemple, dans le cas d'un mélange d'ocre jaune et de sulfure d'argent, la longueur d'onde dominante passe de 584 nm non broyé (jaune-orange) à 575 nm broyé 2 heures (jaune). Au cours du broyage on observe aussi une **diminution** très nette de la **réflectance** (L^* non broyé : 65,55 ; broyé 1h : 39,66 et broyé 2h : 38,26) et de la **pureté d'excitation** (Pe non broyé : 66,77 % ; broyé 1h : 48,97 % et broyé 2h : 38,26 %) ce qui indique un **assombrissement** des couleurs.

Le phénomène est **identique** pour le second exemple, un mélange au **sulfure de cuivre**. La longueur d'onde dominante passant de 584 nm (jaune-orange) à 573 nm (jaune-verdâtre) et la couleur s'assombrissant (L^* non broyé : 67,48 ; broyé 1h : 50,43 et broyé 2h : 44,51) (Pe non broyé : 67,01 % ; broyé 1h : 38,67 % et broyé 2h : 33,53 %). Pour ces deux mélanges on observe une **évolution du domaine chromatique** qui va du jaune-orange avant broyage, au jaune-verdâtre après deux heures de broyage (tableaux 32 et fig 87).

a. Mélange lustrant composé d'ocre et de sulfure d'argent (BDX 9590)						
		Non broyé	30 min	Broyé 1 h.	1 h. 30	2 h.
Couleur perçue visuellement		jaune-orange	jaune-verdâtre	jaune-verdâtre	jaune-verdâtre	jaune-verdâtre
Domaine chromatique		jaune-orange	jaune-orange	jaune	jaune	jaune
Longueur d'onde dominante λ (nm)		584	580	578	576	575
Pureté d'excitation (%)		66,77	52,83	39,66	29,02	25,95
Coordonnées Y, x, y	Y	34,75	26,76	17,57	13,14	10,24
	x	0,4621	0,4182	0,3861	0,3635	0,3595
	y	0,4192	0,4124	0,3924	0,382	0,3749
Coordonnées $L^*a^*b^*$	L^*	65,55	58,75	48,97	42,97	38,26
	a^*	17,82	7,04	2,04	0,95	0,68
	b^*	50,87	35,75	23,09	15,35	12,49

b. Mélange lustrant composé d'ocre et de sulfure de cuivre (BDX 9587)						
		Non broyé	30 min	Broyé 1 h.	1 h. 30	2 h.
Couleur perçue visuellement		jaune-orange	jaune-verdâtre	vert clair	vert	vert foncé
Domaine chromatique		jaune-orange	jaune	jaune	jaune-verdâtre	jaune-verdâtre
Longueur d'onde dominante λ (nm)		584	578	575	574	573
Pureté d'excitation (%)		67,01	46,5	38,67	35,3	33,53
Coordonnées Y, x, y	Y	37,27	21,54	18,78	16,68	14,19
	x	0,4471	0,3982	0,3783	0,3702	0,3656
	y	0,4191	0,4098	0,4018	0,3975	0,3959
Coordonnées $L^*a^*b^*$	L^*	67,48	53,54	50,43	47,85	44,51
	a^*	14,1	2,242	- 0,90	- 1,87	- 2,48
	b^*	48,31	29,37	23,46	20,62	18,67

Tableau n 32 : Évolution de la couleur du mélange lustrant des échantillons de re-création BDX 9590 (ocre jaune et sulfure d'argent, rapport 1/5) (a) et BDX 9587 (ocre jaune et sulfure de cuivre, rapport 1/5) (b) broyés de 2h. On observe dans les deux cas un changement de teinte ainsi qu'un assombrissement progressif.

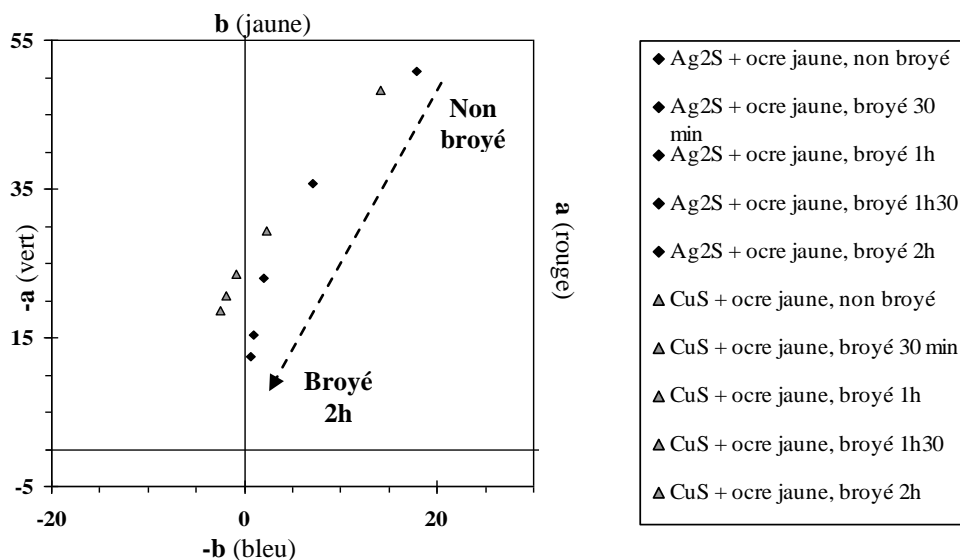


Figure n 87 : Autre représentation (diagramme L*a*b*) de l'évolution de la couleur durant le broyage des mélanges lustrants BDX 9590 et 9587. On observe un changement de domaine chromatique qui passe du quart jaune-rouge au jaune-vert (Ag₂S étant situé à la limite), à cause du fractionnement progressif du métal.

6.1.V. Influence sur les résultats

Ce **changement de couleur** doublé d'un **assombrissement** a été constaté pour **tous** les **mélanges** lustrants de re-création testés (plus de 80) (fig 88), quelle que soit la couleur de l'ocre (rouge ou jaune) ou la nature des sels métalliques (sulfures, acétates, etc.). Il résulte de la fragmentation de conducteurs (poudre de cuivre : rouge sombre, CuS : noir bleuté, etc.) et de leur mélange avec l'ocre. Le **fractionnement** a pour avantage de **multiplier** les **surfaces en contact** avec l'**acide acétique**, qui sépare et transporte les ions cuivre Cu²⁺ et argent Ag⁺, facilitant ainsi les réactions **physico-chimiques** dans le mélange lustrant.

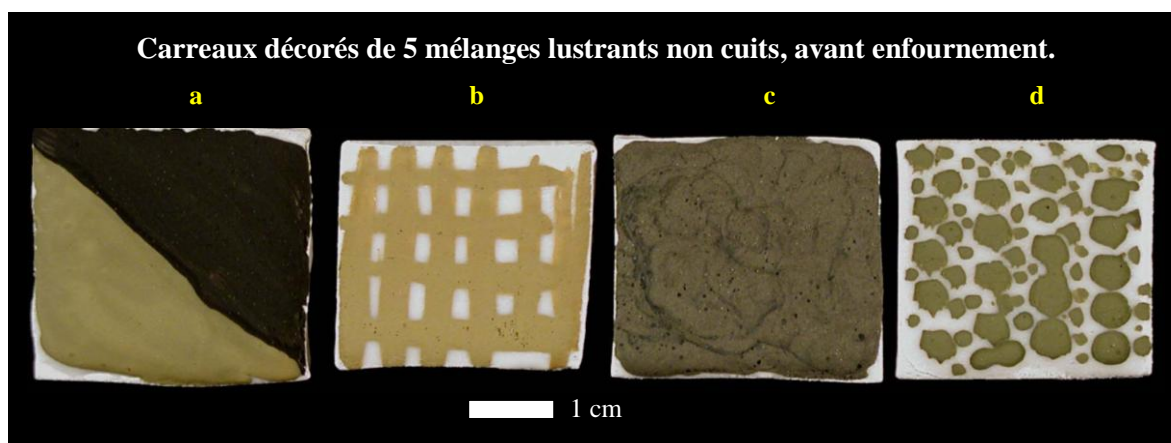


Figure n 88 : Mélanges réalisés avec de l'ocre jaune et du métal en rapport 1/5 (métal/ocre), puis broyé durant deux heures (ph : Ollagnier, 2006, 2009).

a : Le mélange vert se compose de sulfure d'argent, le noir de sulfure de cuivre.

b : Mélange de cuivre et d'argent grillés avec du soufre ([Cu] majoritaire).

c : Mélange lustrant vert sombre composé de sulfures d'argent et de cuivre ([Cu] majoritaire).

d : Mélange de cuivre et d'argent grillés avec du soufre ([Ag] majoritaire). La couleur du mélange lustrant non cuit varie en fonction de la nature et de la proportion des métaux ainsi que de l'importance du broyage.

Les décors issus de mélanges lustrants broyés pendant des durées différentes (30 minutes à 6 heures) ne présentent **pas** (ou peu) de **différences** de **teintes** en réflexion **diffuse**, mais une **augmentation** de la **saturation** pour les temps de **broyage** les plus longs. Cette faible différence en réflexion diffuse n'est pas due au broyage en lui-même, mais plutôt à la quantité de **métal** qui a **pénétré** dans la glaçure durant la cuisson.

Il est plus **difficile** d'évaluer l'impact du broyage sur la couleur des **reflets** métalliques, plusieurs paramètres entrant en ligne de compte (on le verra, surtout la dimension des colloïdes, etc.).

Un broyage « extrême » pourrait sembler inutile compte tenu de ces constatations, pourtant si les particules métalliques ne sont **pas assez fines**, la couleur du décor en réflexion diffuse ne sera **pas uniforme** et se présentera sous forme de tâches hétérogènes (fig 89a). Sans doute parce que les métaux n'ont pas **pénétré suffisamment** dans la glaçure, les particules les plus grosses étant restées dans le mélange lustrant.

En revanche, un décor issu d'un mélange lustrant broyé aura un décor plus **uniforme** (fig 89b), le métal ayant mieux pénétré dans la matrice vitreuse. Les céramistes ont du tâtonner jusqu'à obtenir le broyage (teinte et texture) produisant le décor avec le meilleur rendu, autant en réflexion diffuse qu'en spéculaire.



Figure n 89 : a et b. Le décor du BDX 9202 est issu d'un mélange lustrant Ag₂S et ocre non broyé, qui est hétérogène. Il donne en réflexion diffuse (a) des tâches brunes avec une légère diffusion et des reflets métalliques bleu clair cernés de doré en spéculaire (b).

c et d. Le décor du BDX 9967 est issu d'un mélange lustrant composé de poudre d'argent et d'ocre finement broyé durant 2 heures. En réflexion diffuse (c) on observe un décor vert uni et en spéculaire (d) des reflets métalliques bleus, rouge ou orangé, ce que l'on attribue à des « coups » de pinceau lors de l'application.

6.2. Le tamisage

Après broyage, les matériaux, étaient **tamisés** pour obtenir des granulométries régulières. Le Joaillier de Nishapur (Porter, 2003) parle de **passer au tamis** mais aucune indication concernant les dimensions de la maille n'est donnée. Quant à Abu'l Qasem (Allan, 1973), il ne mentionne un tamisage que dans ses chapitres consacrés aux glaçures (chap 15 et 16), où il est fait mention d'un tamisage à travers un **tissu de soie**. Si le tamisage n'est pas signalé systématiquement dans le texte, c'est probablement parce que l'atelier de céramistes dont il était issu broyait très finement le mélange lustrant sur une pierre et le jugeant assez fin, l'utilisait tel quel.

En ce qui nous concerne, les mélanges lustrants n'ont pas été tamisés avant broyage, les poudres employées étant déjà d'une grande **finesse** (fig 81a). Seul le **sulfure d'argent** composés de sphéroïdes micro et millimétriques a été **tamisé** à 60 µm, les fractions refusées (restées sur la grille) ayant été concassées jusqu'à acceptation.

La **texture** du mélange s'apprécie **visuellement** durant le broyage ainsi qu'au passage du **pilon**. Lorsqu'elle devient lisse (rien « n'accroche » au pilon) et homogène, on estime disposer d'un mélange lustrant dont la granulométrie équivaut ou est inférieure à celle d'une poudre de talc, c'est-à-dire **autour de 50 µm** (valeur moyenne du talc commercialisé par Céradel).

L'observation en microscopie électronique à balayage d'un dépôt confirme la **finesse** et l'**homogénéité** du mélange dont les particules ont un diamètre moyen de 8 µm, avec quelques agrégats avoisinant 30 µm. Cette texture fine permet une répartition homogène des métaux dans le mélange et assure une application fluide lors de la pose.

En résumé,

Le broyage est une étape essentielle de la préparation du mélange lustrant. Autrefois les broyages allant de grossier à fin étaient réalisés selon la granulométrie des matériaux présents dans l'atelier (minéraux bruts, métaux préparés, etc.), le but étant d'arriver à une poudre très fine n'accrochant pas sous la pierre/le pilon. Cette finesse permet de réaliser des décors réguliers, mais aussi et surtout de fractionner les métaux. Ce fractionnement multiplie les zones de contact entre le métal et l'acide acétique, favorisant ainsi la formation des ions Cu^{2+} ou Ag^+ puis du décor de lustre. Après broyage et tamisage, le mélange lustrant pouvait être additionné de vinaigre de vin pour former la pâte/peinture qui serait appliquée sur la glaçure.

7. L'acide acétique : le vinaigre

*[...] on pile et on broie le tout, on le passe au tamis et on **trempe au vieux vinaigre** et le reste des actions de même que précédemment ; il en sortira enfin la couleur rouge.*

Extrait du chapitre 4 du traité du Joaillier de Nishapur. Recette n°2 (Porter, 2003).

*[...] Dissoudre alors le tout dans du **verjus** ou du **vinaigre** et en **peindre** les objets désirés, puis les placer dans un deuxième four construit à cette fin, et les enfumer légèrement pendant 72 heures, jusqu'à ce qu'ils atteignent la couleur des deux feux [qui est comme l'or].*

Extrait du paragraphe 27 du traité d'Abu'l Qasem (Allan, 1973).

7.1. Pourquoi utiliser du vinaigre/verjus ?

Le **vinaigre** de vin ($\text{CH}_3\text{-CO-OH}$) ou le **verjus*** sont toujours mentionnés dans les textes anciens pour la préparation des lustres métalliques. Le **vinaigre** (« vin aigre ») est un **liquide acide** (pH entre 2 et 3), obtenu par l'oxydation de l'éthanol du vin, de l'alcool, etc. Il contient de l'**acide acétique*** **dilué** (5 % à 8 %) et parfois de faibles quantités d'**acides tartrique*** ou **citrique*** (pour les vinaigres artisanaux) (Encyclopedia Universalis, 2010). Ces acides sont supposés créer des **réactions chimiques** dans le mélange lustrant avant cuisson. **Abu'l Qasem** indique non pas qu'il faut tremper ou mélanger, mais bien selon les traducteurs (Allan, 1973, Rouhfar, 2004), **dissoudre** le mélange lustrant dans du vinaigre, ce qui sous-entend qu'il avait connaissance (en 1301 ap J.C.) qu'une réaction chimique se produisait.

Lorsque du **vinaigre** est **ajouté** à de l'**ocre**, de nombreuses **bulles** apparaissent dans le mélange, signe de la **décarbonatation** de l'**ocre** par l'acide acétique. Il s'agit probablement de la réaction exprimée par Abu'l Qasem, car c'est la seule à être **visible** durant la préparation du mélange lustrant. Une autre réaction, **non visible**, a lieu lorsque le **métal** est en contact avec le **vinaigre**, l'**acide** séparant les ions métalliques de leurs ligands*. Cette séparation **joue un rôle déterminant** pour la **formation** du **décor** durant la cuisson (Orel *et al.*, 1993).

7.2. Choix d'un vinaigre produit au laboratoire

On a employé un **vinaigre de vin industriel** (« Tête Noire » à base de vins), mais la présence de sulfites* (plus de 10 mg/litre) nous a incités à utiliser un **vinaigre artisanal**. Il a été produit au laboratoire par ajout d'une **mère de vinaigre** (bactérie transformant l'alcool en acide acétique) dans un **vin rouge artisanal**¹. Au bout d'un mois, le vinaigre est tiré du vinaigrier, filtré puis mis en bouteille jusqu'à utilisation. **Aucune quantité** n'est **indiquée** dans les recettes, car elle dépend uniquement de la viscosité souhaitée. Le céramiste japonais **Takuo Kato** ainsi que les traités anciens, mentionnent une **viscosité** semblable à celle de la **peinture** ce qui indique une certaine **fluidité** du mélange lustrant. Cette fluidité permet une application efficace et facile du mélange, lequel s'applique avec une plus grande finesse qu'un mélange glaçurant en poudre.

7.3. Acidité (potentiel hydrogène) du mélange lustrant

Des mesures de pH-métrie (tableau 33) montrent que les mélanges lustrants de re-création sont composés d'**ocre** humidifié avec H₂O distillée (pH 7.8) et d'un **vinaigre acide** (pH 2.85). Lorsque les deux composés sont mélangés avec des sels métalliques puis broyés, le **pH varie** de 3.8 (décarbonatation de l'ocre) à 4.28 après quelques minutes. Le pH se stabilise alors autour de 4, et ce jusqu'à la complète évaporation du liquide.

Produit et conditions expérimentales	pH
Vinaigre pur	2.85
Ocre jaune humidifiée avec de l'eau distillée	7.8
Ocre jaune délayée dans du vinaigre	4.10
Ocre jaune, métaux (Ag + Cu, rapport 1/5) et vinaigre	
Début de la décarbonatation	3.8
2 minutes de broyage	4.10
5 minutes de broyage	4.28
10 minutes de broyage	4.28

Tableau n 33 : pH de l'ocre, du vinaigre et du mélange lustrant avant cuisson. Le pH très acide du vinaigre et légèrement basique de l'ocre, s'équilibrent au bout d'une dizaine de minutes de broyage à un pH moyen de 4.

7.4. Essais de mélanges lustrants sans vinaigre de vin

Pour voir dans quelle mesure le vinaigre de vin intervient dans la formation du mélange lustrant, plusieurs mélanges **sans vinaigre** ont été créés. Leur base était identique :

¹ Vin rouge artisanal « ordinaire » du Tarn-et-Garonne

ocre et métal (métaux ou sulfures) en rapport 1/5, le tout broyé 15 minutes au mortier d'agate puis dilué dans le liquide avant application et cuisson réductrice (durée 2 heures) au four à bois.

Les décors issus de mélanges lustrants délayés dans de l'**eau** (eau de ville, eau distillée) ou de la **gomme arabique** (sève d'acacia), ont présenté des décors vert-jaune ou jaune (selon le métal) en réflexion diffuse mais **sans reflet métallique** coloré. En revanche, les décors verts et jaunes issus de mélanges lustrants à base de **vinaigre d'alcool**, d'**acide acétique** pur ou d'**acide oxalique*** (pur et dilué), ont des reflets métalliques colorés (majoritairement dorés). On peut en déduire que la présence d'un **acide** et les **réactions physico** qu'il provoque au contact du **sel métallique** sont **nécessaires** pour obtenir un décor de **lustre métallique**.

En résumé,

La présence de l'acide acétique contenu du vinaigre, évoqué dans toutes les recettes des mélanges lustrants, est indispensable pour la formation du décor. En créant et maintenant un pH acide, le vinaigre sépare les ions métalliques de leurs ligands et favorise la formation des colloïdes métalliques. Le mélange humidifié peut être appliqué sur la surface d'une glaçure ou d'un verre.

8. Rôle des différents supports du lustre métallique : verre et glaçure

*Autre sorte [or] : argent calciné un deram, marcassite dorée 16 qerât, vert-de-gris trois qerât, vitriol bleu 5 qerât, scorie d'argent deux deram, le tout est trempé au vinaigre et **utilisé** sur les **verres** « syriens » et les **céramiques de Kàshân** et autres ; il sortira semblable à l'or.*

Extrait du chapitre 4 du traité du Joaillier de Nishapur. Recette n°5 (Porter, 2003).

*Dissoudre alors le tout dans du verjus ou du vinaigre et en **peindre** les **objets désirés**, puis les placer dans un deuxième four construit à cette fin, et les enfumer légèrement pendant 72 heures, jusqu'à ce qu'ils atteignent la couleur des deux feux [qui est comme l'or] [...].*

Extrait du paragraphe 27 du traité d'Abu'l Qasem (Allan, 1973).

Selon le Joaillier de Nishapur, le lustre métallique peut avoir deux types de supports : la **céramique glaçurée** ou le **verre**. Abu'l Qasem, n'évoquera que la **céramique**, spécialité de sa famille. A l'époque du Joaillier de Nishapur (12^{ème} s ap. J.C.) les ateliers de **Kashan** produisaient une céramique de grande qualité qui était (notamment) utilisée comme support des décors de lustre métallique considérée comme une production de luxe. Le traité mentionne aussi des **verres** comme support du décor.

8.1. Essais de décor de lustre métallique sur céramique glaçurée

La majeure partie des re-crétions ont été effectuées à Bordeaux sur céramique glaçurée, le modèle choisi étant « Kairouan ». La **glaçure opaque blanche**, offre un **bon rendu** des **teintes** en réflexion diffuse (vert, jaune, brun) comme en spéculaire (bleu, vert, jaune, rouge, violet, etc.) (fig 90a,b). L'opacité du support vitreux permet d'observer les décors même

les moins saturés, sans que leur lecture ne soit perturbée, la matrice vitreuse étant absorbante (fig 90c,d,e).

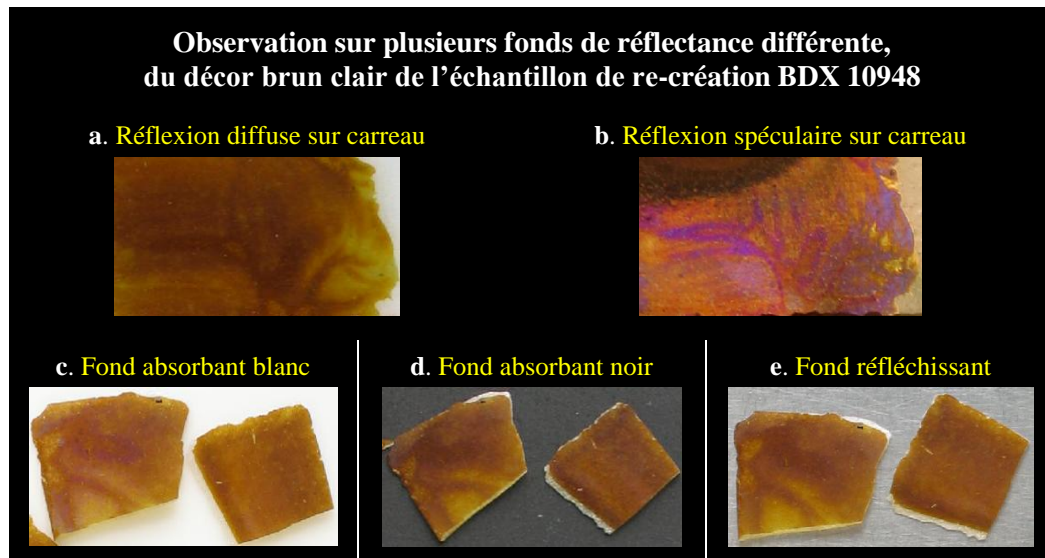


Figure n 90 : a. Le décor de cet échantillon composé d'argent et de cuivre (Ag° majoritaire) est brun clair en réflexion diffuse. Le fragment de glaçure (détachée de son support) a été poli jusqu'à atteindre moins de 2 mm d'épaisseur pour essayer de mesurer l'impact du support sur le décor.

b. Le décor qui lui est associé en réflexion spéculaire présente des plages de reflets orangés, roses ou violets.

c. L'opacité de la glaçure blanche, même de faible épaisseur, empêche le changement de teinte du décor (λ : 590 nm - orange).

d. Malgré l'impression visuelle d'une teinte différente, le décor n'a pas changé de couleur (λ : 590 nm).

e. La même constatation est faite avec un fond réfléchissant.

8.2. Essais de décor de lustre métallique sur verre

8.2.I. Essais

Quelques essais de re-création ont été réalisés sur **verre** à titre de comparaison de ceux réalisés sur glaçures. Des **verres** industriels **transparents incolores** ont été peints avec des mélanges lustrants composés d'**ocre** et de **sulfure d'argent** ou de **cuivre** (rapport métal/ocre de 1/5). Ils ont ensuite été cuits au four à bois lors d'une cuisson réductrice avec des objets de céramique glaçurée (3 heures de réduction).

On observe que :

- **Aucun résultat** n'a été obtenu avec les mélanges au **cuivre**, la réduction du cuivre étant plus difficile à obtenir que celle de l'argent.

- En revanche, les verres à décor de lustre métallique à base d'argent, ont présenté en réflexion diffuse des motifs dont la teinte va du **jaune** au **brun** (fig 91). Les reflets métalliques colorés sont principalement turquoise ou **bleu** avec de petites zones vertes, violettes ou **jaune-doré**. Le jaune-doré est surtout présent en tant que liseré (fig 91).

- On remarque qu'un **même métal** peut donner des **effets chromatiques différents**.

- Une **teneur en métal** relativement **homogène** sur la surface du décor, peut donner des **effets chromatiques différents**.

- Par conséquent, l'explication des **changements de couleurs** est **ailleurs**.

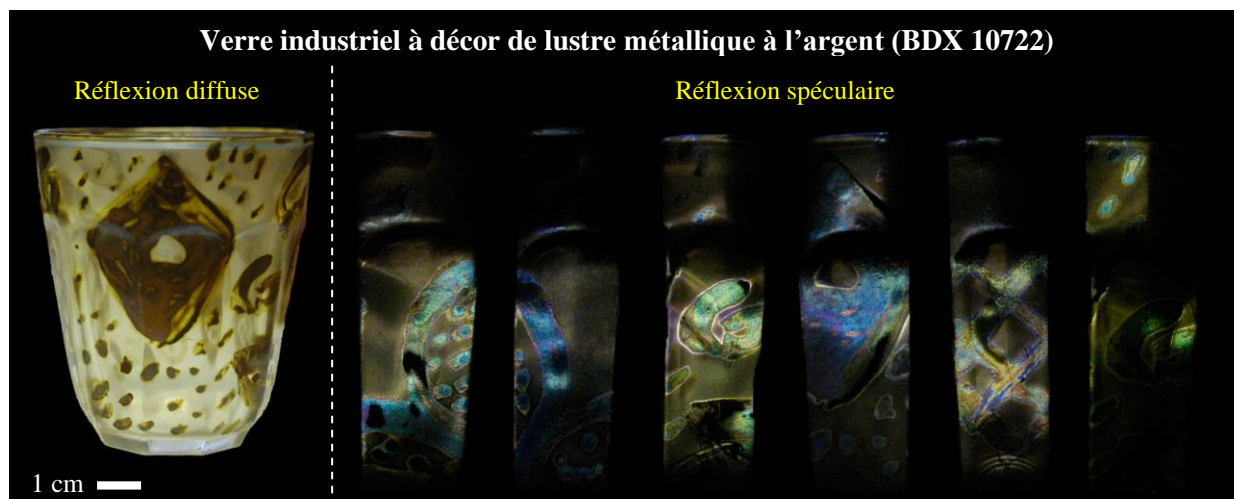


Figure n 91 : Le décor en réflexion diffuse est jaune à brun selon l'épaisseur de la couche de mélange lustrant qui a été appliquée. Les reflets métalliques sont de couleur turquoise ou bleu avec de petites zones vertes, violettes ou jaune-doré (ph : Ollagnier, 2009).

8.2.II. Caractéristiques chromatiques du décor

Les mesures chromatiques effectuées sur les verres confirment que nous sommes bien en présence de décors de **lustre métallique**. Un **changement de couleur** est visible entre le décor en réflexion diffuse perçu visuellement **brun** mais se trouvant en réalité dans le domaine **jaune-orange** (λ : 582 nm) et le décor en réflexion spéculaire présentant des plages de reflets colorés majoritairement **bleus** (λ : 481 nm), avec de petites zones à reflets **verts** ou **jaunes**.

On observe aussi une **augmentation d'intensité** entre le décor brun sombre en réflexion diffuse (P_e : 28.52 % et L^* : 39.28) et le décor en réflexion spéculaire d'un bleu clair (P_e : 76.8 % et L^* : 123.5) (tableau 34). La réflectance (L^*) supérieure à 100 % résulte du fait que l'étalon de blanc utilisé est mat et non brillant, ce qui correspondrait mieux aux surfaces vitreuses. Ce **changement de couleur** et d'**intensité** est clairement visible sur les spectres de réflectance des décors (fig 92) ; la **réflectance** du reflet bleu étant nettement supérieure à celle du décor jaune-orange (brun) en réflexion diffuse.

Verre support industriel et décor de lustre métallique à l'argent de l'échantillon BDX 10722			
	Décor en réflexion diffuse	Décor en réflexion spéculaire	
Couleur perçue visuellement	Brun	Bleu	
Domaine chromatique	Jaune-orange	Bleu	
Longueur d'onde dominante λ (nm)	582	481	
Pureté d'excitation (%)	28.52	76.8	
Coordonnées Y, x, y	Y	10.82	174.1
	x	0.48	0.25
	y	0.44	0.28
Coordonnées $L^*a^*b^*$	L^*	39.28	123.5
	a^*	10.89	-11.05
	b^*	41.89	-39.63

Tableau n 34 : Résultats des mesures effectuées en spectroradiométrie sur le décor de l'échantillon de verre BDX 10722.

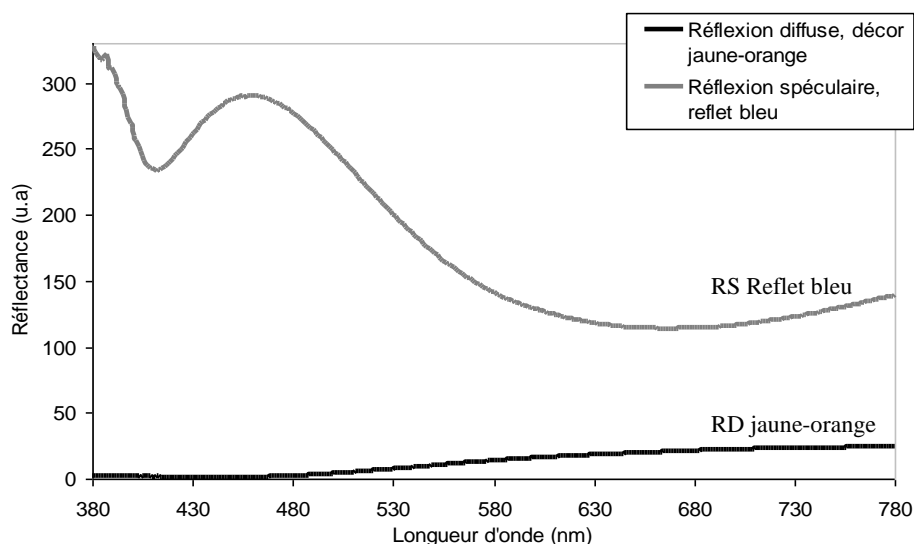


Figure n 92 : Spectres de réflectance du décor de lustre métallique de l'échantillon re-créé BDX 10722. Le changement de couleur (jaune-orange en diffuse et bleu en spéculaire) et d'intensité sont clairement visibles dans les spectres. La réflectance du reflet bleu est environ 280 fois supérieure à celle du décor jaune-orange en réflexion diffuse, ce qui indique un éclat intense.

8.2.III. Caractéristiques de la composition du verre-support et du décor

Les analyses élémentaires du **verre** industriel indiquent qu'il s'agit d'un support **sodocalcique** (SiO_2 : 73.76 ± 0.12 % ; Na_2O : 15.42 ± 0.14 % ; CaO : 8.23 ± 0.08 %) (fig 93). Il contient des traces d'aluminium (Al_2O_3 : 1.69 ± 0.12 %), de soufre (S : 0.35 ± 0.03 %), de potassium (K_2O : 0.35 ± 0.03 %) et de magnésium (MgO : 0.2 ± 0.06 %). Ce type de verre est employé notamment pour la fabrication des bouteilles, vitrages, etc. Le décor se compose d'**argent** (Ag_2O : 6.89 ± 0.13 %) et contient moins de sodium que le verre support (Na_2O : 10.1 ± 0.08 %), témoin d'un **échange ionique** très net entre le sodium du verre et l'argent contenu dans le mélange lustrant (fig 93 – tableau 35). On notera qu'il est **sans plomb**, et que cela n'influence pas le décor.

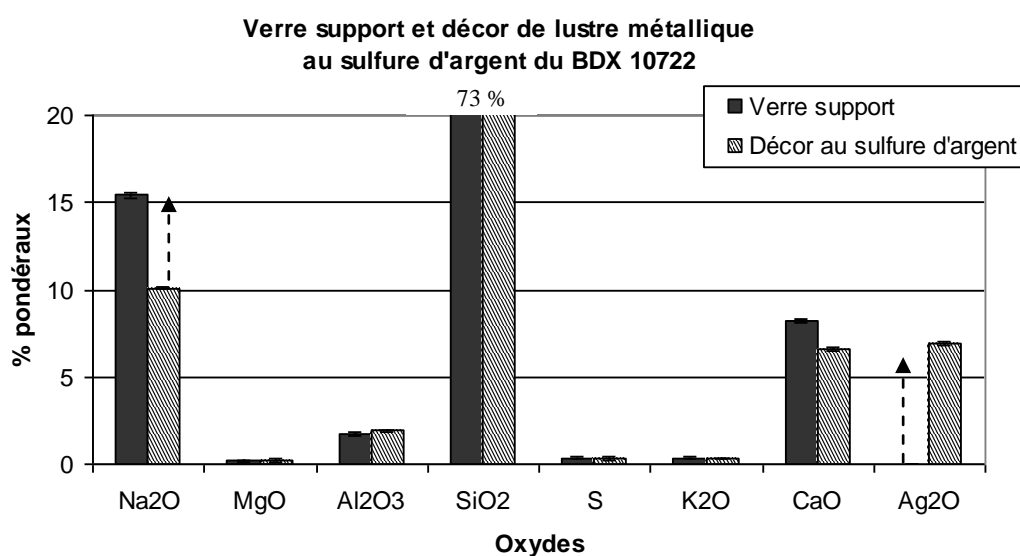


Figure n 93 : Autre illustration de l'interdiffusion entre le verre support industriel et le décor de lustre métallique à l'argent de l'échantillon BDX 10722.

BDX 10722	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	S	K ₂ O	CaO	Ag ₂ O
Verre support	15.42 ± 0.14	0.2 ± 0.06	1.69 ± 0.12	73.76 ± 0.12	0.35 ± 0.03	0.35 ± 0.03	8.23 ± 0.08	nd
Décor	10.1 ± 0.08	0.21 ± 0.07	1.92 ± 0.08	73.63 ± 0.23	0.33 ± 0.09	0.31 ± 0.03	6.61 ± 0.07	6.89 ± 0.13

Tableau n 35 : Composition élémentaire du verre support industriel et du décor de lustre métallique à l'argent de l'échantillon BDX 10722 (5 mesures par échantillon effectuées sur des surfaces de 2.16 x 1.75 mm² par fluorescence de rayons X en dispersion d'énergie).

8.2.IV. Différence de rendu entre décor sur verre et céramique glaçurée

La **perception visuelle** d'un décor de lustre métallique sur **verre** transparent incolore ou sur céramique **glaçurée** n'est **pas la même**. Le verre transparent incolore laisse voir le décor que l'on cherche à observer et les décors présents sur les **autres faces**. Ainsi lorsqu'on observe une partie de l'objet en **réflexion spéculaire**, on apercevra toujours en fond, un décor en **réflexion diffuse** appartenant à une **autre partie** de l'objet, ce qui perturbe un peu la perception des **reflets** métalliques colorés.

En revanche, lorsque le décor de lustre métallique est posé sur une céramique glaçurée, généralement **opaque blanche**, on ne perçoit que le décor que l'on a choisi d'observer que ce soit en réflexion diffuse ou en spéculaire. L'utilisation d'un **support opaque** permet ainsi de **mettre en avant le décor** plus que l'objet en lui-même.

En résumé,

Le décor de lustre métallique peut être posé sur un verre transparent ou sur une glaçure opacifiée blanche, pourvu qu'ils soient sodiques. Les propriétés du décor sont les mêmes sur verre ou glaçure (changement d'aspect avec sur intensité et modification de la teinte à la réflexion spéculaire). On observe cependant une différence dans la perception du décor entre les deux supports en diffuse comme entre spéculaire, à cause de la transparence du verre.

9. Consistance et application du mélange lustrant

*[...] le tout est trempé au vieux vinaigre et avec cela **on fait les dessins que l'on veut** [...], et on met dans l'enfumeur et on laisse jusqu'à ce que ça soit froid puis on les sort de l'enfumeur et on les lave bien ; il en sortira une couleur semblable à l'or.*

Extrait du chapitre 4 du traité du Joaillier de Nishapur. Recette n°5 (Porter, 2003).

*Dissoudre alors le tout dans du verjus ou du vinaigre et en **peindre les objets désirés**, puis les placer dans un deuxième four construit à cette fin, et les enfumer légèrement pendant 72 heures, jusqu'à ce qu'ils atteignent la couleur des deux feux [qui est comme l'or] [...].*

Extrait du paragraphe 27 du traité d'Abu'l Qasem (Allan, 1973).

Les traités du Joaillier de Nishapur et d'Abu'l Qasem mentionnent que l'on **peint** les objets avec le mélange lustrant. Celui-ci est donc sous forme liquide (pâteux à fluide) lorsqu'il est appliqué sur les glaçures.

9.1. Consistance du mélange lustrant

Le mélange lustrant a une **fluidité variable** selon la quantité de vinaigre ajoutée jusqu'à la consistance souhaitée. La fluidité du mélange peut aider à l'application :

- utiliser un **mélange pâteux/épais** quand on souhaite appliquer le mélange sur des pièces dont la texture **lisse** (glaçure) et la **forme** (sphérique, verticale, etc.) rendent difficile l'application d'un liquide trop fluide, entraînant des coulées durant la pose. On peut alors soit diluer la poudre de mélange lustrant dans une faible quantité de vinaigre, soit attendre que le mélange sèche légèrement (évaporation du vinaigre) jusqu'à obtenir la consistance souhaitée,

- utiliser un **mélange fluide** pour réaliser des décors d'une grande finesse (et/ou réaliser un **lavis** pour obtenir un décor pâle en réflexion diffuse.

La proportion généralement employée pour les re-créations sur carreaux glaçurés est de 0.5 ml de vinaigre pour 1 gramme de phase minérale de mélange lustrant (ocre + métaux), ce qui donne au mélange une consistance de **peinture à l'huile** (liquide épais). En fonction de la durée de broyage, des minéraux employés (ocre, kaolinite, etc.) et des motifs à réaliser (traits fins, bordures) du vinaigre est ou non ajouté pour augmenter la fluidité du mélange.

9.2. Application du mélange lustrant

7.2.I. Techniques d'application

a/ *Le calame* : Deux techniques d'application ont probablement existé, variant selon le lieu et l'époque. On peut supposer que la fluidité du mélange lustrant était adaptée à l'outil ou inversement. L'un des instruments est le **calame**, outil de calligraphie et de peinture, employé notamment dans le monde arabe. Il est fabriqué dans un roseau/bambou sec taillé en biseau.

Ce biseau est ensuite ajusté en fonction de la largeur de trait souhaitée (qui peut atteindre 1 à 2 mm) et la manière dont travaille l'utilisateur.

b/ *Le pinceau* : Le **pinceau**, est comme le calame un outil d'écriture et de dessin. On le trouve couramment en Extrême-Orient, notamment pour réaliser aquarelles et lavis. La forme du pinceau (arrondi, en pointe, allongé, etc.) et le type de poils (cheval, écureuil, chèvre, etc.) dont il se compose variait selon l'utilisation de l'objet (un pinceau pour aquarelle peut contenir beaucoup de liquide, etc.).

Il permet de réaliser des traits très fins comme des remplissages. Le décor pouvait ensuite être **sgraffité** (« griffé ») avec un roseau / pointe sèche pour faire ressortir des motifs sur fond de glaçure.

9.2.II. Tracé du décor

On peut observer en réflexion diffuse sur certaines pièces anciennes le **tracé** du **pinceau/calame** ainsi que la direction de la pose du mélange lustrant. C'est le cas notamment de certaines pièces de Kairouan (fig 94).

Les zones dont la couleur est la plus **saturée** correspondent à l'endroit où a été posé le pinceau/calame, créant une accumulation de matière. L'outil avançant, plus la quantité de matière a diminué, créant un **éclaircissement** du décor en réflexion diffuse.

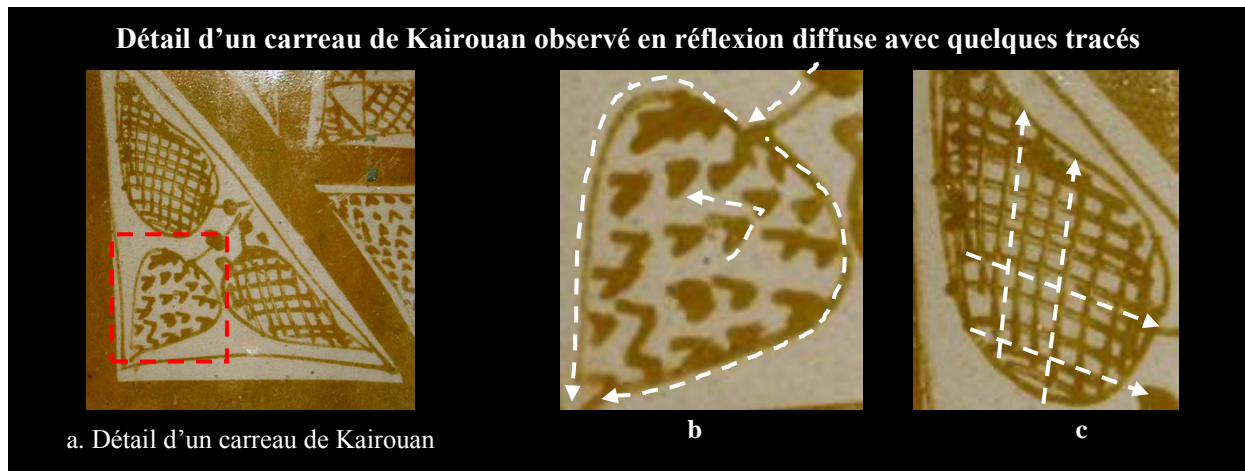


Figure n 94 : a. Classiquement à l'endroit où le pinceau/calame a été posé, le décor ocre jaune est plus saturé, puis il va peu à peu s'éclaircir lorsque l'outil perd de la matière pendant le tracé. Lorsque l'outil est levé à la fin du tracé, le décor est bien plus clair, souvent peu saturé (flèche) (ph : M.Schvoerer, 1998).

b et c. Les accumulations de matière sont nettes, notamment en bordure de la feuille, contrastant avec la partie centrale dont les traits sont bien plus clairs (ph : M.Schvoerer, 1998).

9.2.III. Observation sur des carreaux de re-crétions

Le **pinceau** a été principalement utilisé pendant le travail de re-crétion, mais nous avons aussi effectué des essais avec des **calames** de bambou (avec le concours de Mr **Abderrahmane Khyar**, professeur d'arts plastiques, à Bordeaux). La **manière d'appliquer** le mélange lustrant et son incidence sur le décor ont été testées. La direction du tracé a été notée durant la pose puis comparée avec les décors obtenus.

Il a été constaté qu'avec notre manière de peindre contemporaine, la direction du tracé n'est que **rarement visible** (ou du moins interprétable) en **réflexion diffuse** (fig 95). On la perçoit mieux en **réflexion spéculaire** (fig 95a) : comme dans le cas des carreaux de Kairouan, les reflets dont les couleurs sont **saturées** correspondant soit aux zones où l'outil a été posé pour **commencer le tracé**, (fig 95a) soit à une importante variation d'orientation (fig 95b). Quant aux couleurs moins **saturées**, elles indiquent la **fin du tracé**, la quantité de matière sur le pinceau ayant diminué.

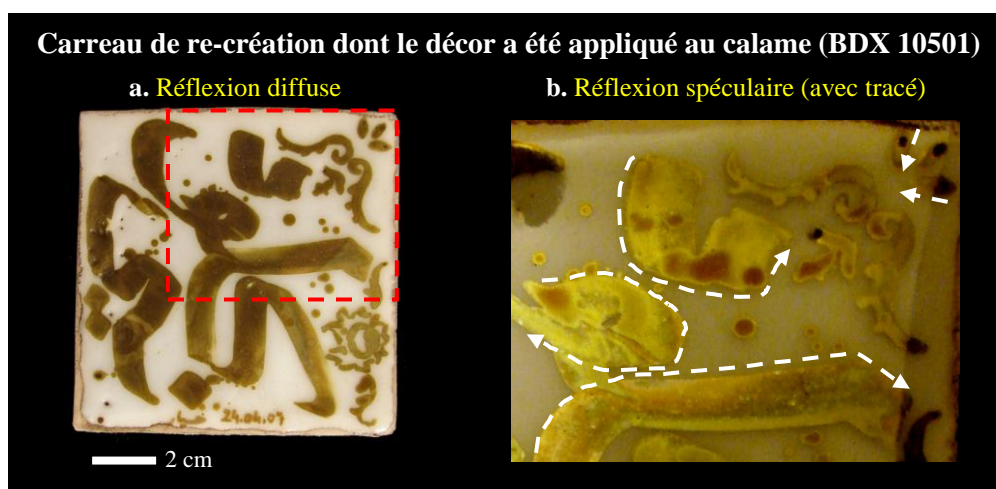


Figure n 95 : Les différences de saturation parfois visibles en réflexion diffuse, se retrouvent en spéculaire, la teinte passant du jaune doré à l'orangé sombre (ph : Ollagnier, 2007).

9.2.IV. Teneur en métal des décors

Les **zones claires** en réflexion diffuse comportent **moins de métal**. Dans les zones saturées, correspondant au « posé » de l'outil ou à un changement d'orientation, on trouve pour le décor posé au pinceau 3.44 ± 0.24 % atomique d'argent [soit Ag_2O : 15.81 ± 0.98 %] et 2.4 ± 0.38 % [soit Ag_2O : 9.12 ± 0.43 %] pour le décor posé au calame (fig 96).

Pour les zones peu saturées on trouve pour le décor posé au pinceau 1.45 ± 0.22 % atomique d'argent [soit Ag_2O : 7.1 ± 1.03 %] et 1.21 ± 0.13 % [soit Ag_2O : 6.95 ± 0.14 %] pour le décor posé au calame. On observe ainsi **différence de concentration** notable de métal en fonction de la **manière** dont le décor a été **appliqué**.

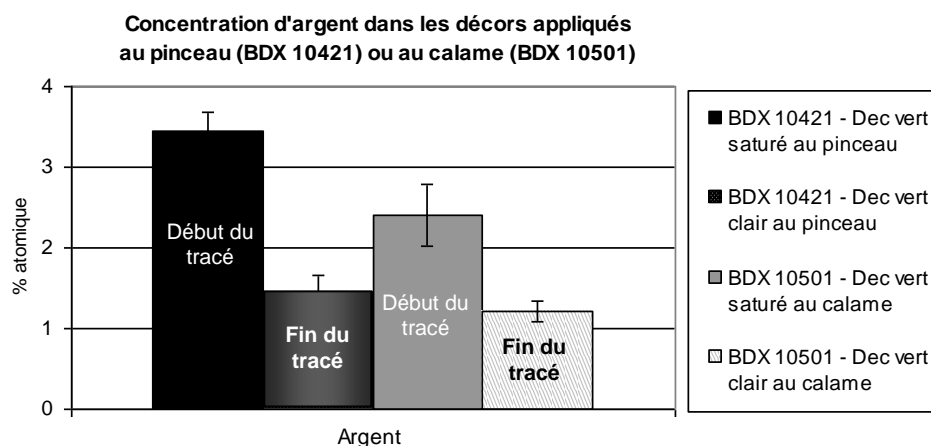


Figure n 96 : On constate qu'au début de l'application au pinceau ou au calame, il y a davantage d'argent qu'à la fin de l'application.

En résumé,

Le mélange lustrant est appliqué selon une technique propre au type de support à décorer (vertical, horizontal, concave, etc.), à la nature des décors à réaliser (remplissage, trait épais, fines hachures, etc.) et à la saturation que l'on veut obtenir du décor (décor saturé, pâle, lavis, etc.). Elle influence la quantité de métal déposé sur la glaçure et donc l'aspect du décor en réflexion diffuse et spéculaire.

L'application est une étape importante de la préparation du décor qui va influencer directement son apparence, le céramiste choisissant durant la pose s'il veut obtenir un décor saturé ou non. Ne reste plus qu'une dernière mais cruciale étape à effectuer pour obtenir un décor de lustre métallique : **la cuisson réductrice**.

10. Le four et la cuisson réductrice

A l'exception de vestiges archéologiques mis au jour en Espagne, à Paterna (région de Valence), il n'existe à l'heure actuelle que peu de structures considérées comme des **fours** utilisés pour la cuisson du **lustre métallique** (Soustiel, 1985 ; Mesquida García et al, 2001b). Les informations concernant la **conduite de la cuisson** aboutissant au décor de lustre métallique sont encore plus rares. On doit donc se contenter des traités anciens, les quelques traces archéologiques et du savoir-faire des céramistes contemporains.

10.1. Les fours et la cuisson réductrice d'après les traités anciens

10.1.I. Les fours et la cuisson dans le traité du joaillier de Nishapur (1195 ap J.C.)

[...] Si quelqu'un construit un **fourneau** de la sorte qu'il a été précisé auparavant à propos de la **fonte de l'or**, pour fabriquer les sortes de minâ', on pourra [...] faire les différents **talâvihât** (lustres) dont l'explication sera donnée ; de sorte que sur le dessus du fourneau il y a un **enfumoir** où l'on réalise les talâvihât ; le sens de cet enfumoir est une **chambre au-dessus** de l'endroit où l'on fait les minâ' (glaçures) et la chaleur du feu y parvient de même que dans la chambre [le laboratoire] qui se trouve au-dessus du foyer, de cette manière.

[...] on laisse sécher ; puis on les met dans l'enfumoir [...] et avec **le même feu** ; lorsque **le feu est fini**, on laisse **refroidir** puis on les **sort** et on les **lave** ; il apparaîtra une couleur rouge.

Extraits du chapitre 4 du traité du Joaillier de Nishapur. Recette n°12 (Porter, 2003)

a/ *Le four* : Le traité du **Joaillier de Nishapur**, mentionne l'utilisation d'un four à plusieurs usages, qui possédait une chambre dite **enfumoir** destinée à la cuisson des pièces à décor de lustre métallique (Porter, 2003). Une copie du traité datant du XIV^{ème} s ap. J.C. comprend un dessin très schématique, qui représente un four en coupe horizontale (fig 97a). Celui-ci comporte un foyer arrondi et le laboratoire au-dessus duquel se trouve l'**enfumoir** ainsi qu'une cheminée. L'enfumoir est le **laboratoire** destiné aux pièces à décor de **lustre métallique**. Cette chambre ayant un volume très faible l'enfumage/réduction s'y faisait efficacement. Certains auteurs n'ayant pas connaissance du traité (Soustiel, 1985) évoquent des fours comparables (fig 97b) dans la même zone géographique (Perse) et temporelle (XI-XII^{ème} s ap. J.C.). Ces fours n'ont toutefois pas de cheminée à proprement parlée, l'évacuation des gaz et de la fumée s'effectuant par des ouvertures percées dans la paroi.

b/ *La cuisson* : Le traité indique que les pièces sont chauffées avec le même feu que celui employé pour d'autres types de céramique (semble-t-il), les fumées réductrices se dirigeant naturellement vers l'enfumoir (fig 97b). Seule une partie du chapitre 4 traitant de la céramique à décor de lustre métallique ayant été traduit, il est impossible d'avoir plus de précisions concernant les paramètres de ce type de cuisson.

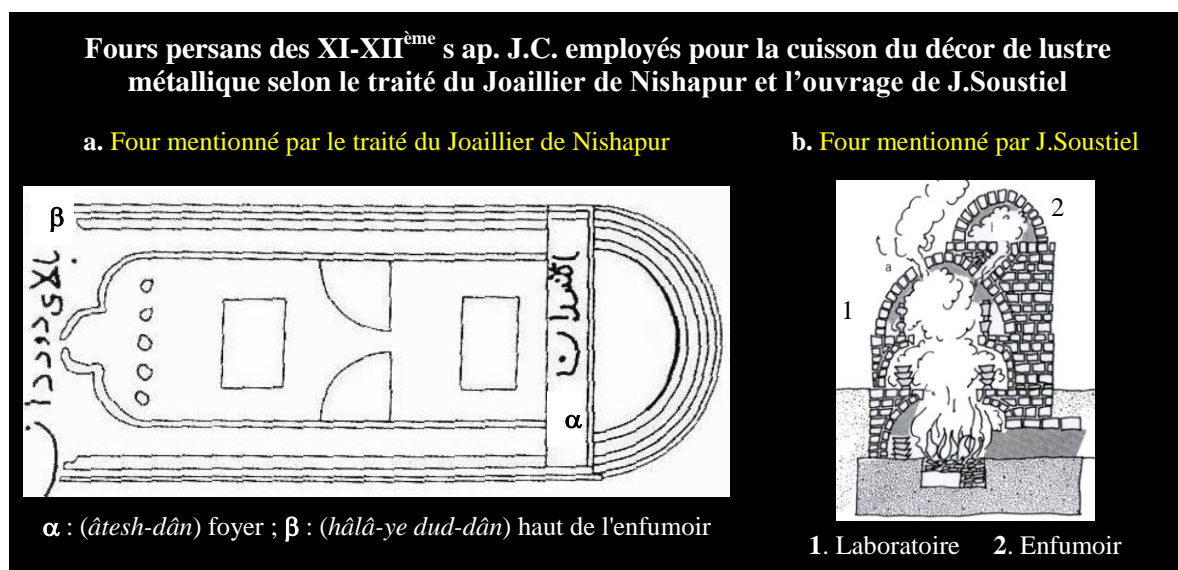


Figure n 97 : a. Coupe horizontale du four cité par le Joaillier de Nishapur (Porter, 2003), comportant un foyer de forme arrondie en partie basse et un enfumoir en partie haute, réservé aux pièces à décor de lustre métallique. Soustiel (Soustiel, 1985) présente un schéma d'un four proche (b) comportant aussi un enfumoir.

10.1.II. Les fours et la cuisson dans le traité d'Abu'l Qasem al Kashani (1301 ap J.C.)

[...] Dissoudre alors le tout dans du verjus ou du vinaigre et en peindre les objets désirés, puis les placer dans un **deuxième four construit à cette fin**, et les enfumer légèrement pendant 72 heures, jusqu'à ce qu'ils atteignent la couleur des deux feux [qui est comme l'or] [...] Ce qui a été **régulièrement mis au feu réfléchi** comme de l'or rouge et brille comme la lumière du soleil.

[...] on laisse sécher ; puis on les met dans l'enfumeur comme il a été dit précédemment et avec **le même feu** ; lorsque **le feu est fini**, on laisse **refroidir** puis on les sort et on les **lave** ; il apparaîtra une couleur rouge.

Extrait du paragraphe 27 du traité d'Abu'l Qasem (Allan, 1973).

a/ *Le four* : **Abu'l Qasem** mentionne quant à lui un « **second four** » à savoir un four qui n'a servi ni à la terre, ni à la glaçure, mais bien un four **spécialement** réservé à la cuisson réductrice du décor de **lustre métallique** (fig 97b). A notre connaissance, aucun four de ce type n'a été mis au jour et identifié clairement comme étant un four destiné à la réalisation des décors de lustre métallique.

b/ *La cuisson* : Le traité évoque un **enfumage léger** durant **72 heures** jusqu'à ce que les pièces atteignent la **couleur des « deux feux »**. Cette durée très longue pour des fours de petit volume pourrait correspondre à 3 fois 24h (3 jours et 3 nuits) (tableau 36). La **couleur dite « des deux feux »** n'indique pas de température à proprement parler mais plutôt le moment où les échantillons tests qui étaient retirés régulièrement du four, présentaient des **reflets métalliques colorés**. Quand la cuisson est achevée et les **pièces froides** (moins de 50°C pour éviter la casse), elles sont retirées du four puis **lavées** à l'eau ou **nettoyées** à l'aide de terre humide (tableau 36) pour récupérer le dépôt de mélange lustrant qui contient encore du métal et peut être réemployé.

Indications concernant la cuisson du décor de lustre métallique issues des traductions des traités du Joaillier de Nishapur et d'Abu'l Qasem al Kashani						
Traité	Joaillier	Abu'l Qasem				
Traducteur(s)	Afshar (1966) et Porter (2003)	Ritter (1935)	Allan (1973)	Caiger-Smith (1989)	Barry (1995)	Rouhfar (2004)
Type de four	Four utilisé pour le verre ou la fusion de l'or	Four spécial	Four spécial	Four utilisé pour la céramique ou four spécial	Four spécial	Four spécial
Durée de la cuisson	Non indiquée	3 fois 24h	72 h	Jusqu'à obtention de reflets	3 jours et 3 nuits	72 h
Particularités de la cuisson	chauffées avec le même feu	Réduction «légère»	Réduction «légère»	Alternance de phases oxydantes et réductrices	Réduction «forte». T = 650°C	Réduction «légère»
Nettoyage des pièces	Lavées après refroidissement	Frottées avec de la terre humide après refroidissement	Frottées avec de la terre humide après refroidissement	Frottées /lavées après refroidissement	Frottées avec de la terre humide après refroidissement	Frottées /lavées après refroidissement

Tableau n 36 : On note des points communs dont une cuisson longue et une réduction légère (hormis Barry). La différence notable est l'emploi de fours différents selon le traité du Joaillier de Nishapur (1195 ap J.C.) et celui d'Abu'l Qasem (1301 ap J.C.).

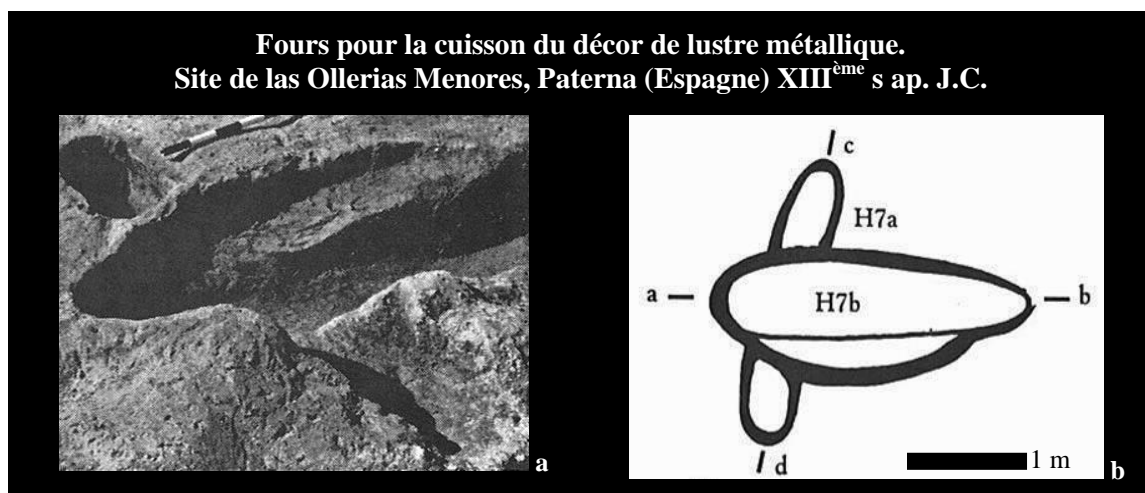
10.2. Les fours de Paterna (XIII-XIV^{ème} s ap. J.C.)

Dans son ouvrage sur les ateliers de lustre espagnols de **Paterna** (Las Ollerias), Mercedes **Mesquida García** (Mesquida García *et al*, 2001b) décrit plusieurs fours des XIII et XIV^{ème} s ap. J.C. utilisés pour la cuisson des céramiques glaçurées, notamment à décor de lustre métallique :

- Les **fours** pour le décor de lustre métallique sont tous de **petites dimensions** (L max : 3 m, l max : 40 cm) et de forme elliptique (fig 98).

- Ils étaient orientés dans le sens des **vents** dominants pour **améliorer** leur **tirage** et faciliter ainsi la réduction.

- Tout comme le four employé à **Bordeaux** pour les re-crétions au laboratoire, ils étaient composés d'un foyer et d'un **laboratoire** d'environ **0.5 m³**. Plusieurs objets de petites dimensions (bols, plats, etc.) pouvaient être chauffés simultanément. Les grosses pièces comme les vases à oreilles (vase de type « Alhambra ») étaient chauffés un par un à cause de la taille du laboratoire et des risques de ratés de cuisson.



*Figure n 98 : Deux fours à décor de lustre métallique (H7a b) sont placés perpendiculairement (a et b). Ces fours sont de faible dimension avec 2.80 m de longueur maximum pour 40 cm maximum de largeur et 30 cm de hauteur conservée. Il s'agissait donc de fours de dimensions très réduites comme on pouvait s'y attendre pour enfumer correctement les objets (Mesquida García *et al*, 2001b).*

10.3. Points communs entre les fours anciens et le four à bois utilisé pour les re-crétions au CRP2A de Bordeaux.

Un **volume réduit** de **laboratoire** et/ou d'**enfumoir** semble être une caractéristique commune à tous les fours pour la production de décors de lustre métallique, qu'il s'agisse des fours spécialement construits pour ou de chambres ajoutées à des fours ayant plusieurs usages.

Le four employé à Bordeaux pour les re-crétions correspond aux données des textes anciens et de l'archéologie avec son laboratoire de faibles dimensions qui permet une réduction efficace.

Il est important de noter que la manière de mener une cuisson réductrice varie en fonction des **dimensions du laboratoire** (dimension des objets) et de **l'orientation du four**.

10.4. Choix d'un protocole de re-création

8.4.I. Paramètres pour optimiser la cuisson réductrice

Les **céramistes A.Caiger-Smith** (Royaume-Uni) et **T.Kato** (Japon) ont cherché à produire des lustres métalliques d'après des modèles persans des XIII-XIV^{ème} (Kashan, etc.) et les recettes d'Abu'l Qasem (Caiger-Smith, 1989). De ces travaux on peut tirer plusieurs paramètres et conseils pour optimiser la cuisson :

- Le **four** et le **combustible** doivent être **secs** pour éviter un gonflement des pièces dû à l'humidité ou/et une évaporation des composés solubles (si le mélange lustrant en contient). En cas d'humidité le four subit un « préchauffage » autour de 100°C jusqu'au séchage des parois. Le combustible peut être séché naturellement ou artificiellement (proximité des gaz chauds d'un four).

- Les **objets** décorés sont placés de manière à ce que chacun soit **exposé à la réduction**, quitte à ne remplir le laboratoire que partiellement. Toute pièce non lustrée finissant en rebu ou produit de qualité et donc prix inférieur, charger le four n'avait que peu d'intérêt pour les céramistes.

- La **montée en atmosphère oxydante** doit s'effectuer lentement jusqu'au début du ramollissement de la glaçure pour éviter la casse ou une réduction intempestive.

10.4.II. Protocole choisi

Après avoir essayé plusieurs approches pour obtenir une atmosphère réductrice satisfaisante (enfumage bref mais intense à la manière espagnole, enfumage léger, réduction en descente, etc.), nous avons choisi d'utiliser une la **technique de réduction** préconisée par A.Caiger Smith, celle-ci se rapprochant de ce que cite **Abu'l Qasem** dans son traité. La cuisson **réductrice** est menée de façon « **naturelle** » : dès que le foyer atteint 550°C, le four est alimenté en fougère sèche jusqu'à ce qu'une épaisse **fumée** apparaisse, manifestation de l'atmosphère **réductrice**.

Après quelques minutes, le feu s'éclaircit et la température augmente, l'atmosphère redevenant **oxydante**. Le foyer est alors réalimenté et l'enfumage/la réduction se renouvelle. Lorsque le cycle est fini (selon la durée choisie), le four est scellé pour empêcher l'air de réoxyder le lustre. Cette technique implique une **alternance naturelle** entre des phases oxydantes et réductrices. Il s'agit de ce que les traducteurs ont appelés une « réduction légère » (tableau 36)

Maintenir une **atmosphère réductrice** durant une **longue durée** (plusieurs heures) s'avère **difficile** et souvent nuisible à la réussite du décor, le four ayant tendance à se réoxyder facilement. T.Kato et A.Caiger-Smith réduisaient jusqu'à l'apparition de reflets sur les échantillons tests, ce qui correspond à une durée de réduction moyenne de 1 heure pour T.Kato (Kato, 1982). Après plusieurs séries d'essais (réductions de 1 à 5 heures), le choix final a consisté à effectuer une **réduction de 2 heures**, ce qui porte la durée de la cuisson entre 6 et 10 heures selon la vitesse de montée du four en température. La **descente** s'effectuera naturellement et durera, en fonction de la température extérieure, de **12 heures à 3 jours** (fig 100).

Lors du **défournement**, les parois du laboratoire sont noires de carbone et les pièces couvertes de cendres. La **couleur des mélanges lustrants** a évolué prenant une teinte allant du rouge au brun selon le mélange utilisé et la réduction réalisée (fig 99). Ce n'est qu'après le **nettoyage du dépôt** de mélange lustrant à l'éponge humide que l'on pourra vérifier la présence d'un décor en réflexion diffuse puis de reflets métalliques colorés...

10.4.III. Importance de la maîtrise de la température

a/ *Impact sur la formation du décor* : Durant la cuisson du décor de lustre métallique le céramiste doit en plus de la réduction, surveiller la température atteinte par le four. Si la **température** est **trop basse**, la glaçure ne sera **pas suffisamment ramollie** et les ions métalliques ne pourront pénétrer suffisamment dans le verre pour former le décor. En revanche, lorsque la **température** est **élevée** et que la glaçure est **trop ramollie**, les ions métalliques et colloïdes s'enfoncent dans la glaçure, ce qui empêche l'obtention du décor souhaité. Le **domaine de températures** permettant la formation d'un décor de lustre métallique varie selon la nature de la glaçure. Dans le cas de la glaçure de **re-création**, ce domaine se situe entre **550 et 650°C**.

b/ *Impact sur la teinte du décor* : Le contrôle de la température est donc important pour l'obtention de décors reproductibles. Il est difficile d'évaluer l'importance de la température sur la couleur du décor en réflexion diffuse. Concernant la couleur des reflets métalliques, le céramiste japonais Takuo Kato (Kato, 2002) (partir 5 du chap 2) observe des **différences** de teintes en fonction de la température atteinte et ce, à **10°C** près. La maîtrise de ce paramètre est donc essentielle pour une production à caractère industriel.



Figure n 99 : a à c : le carreau est progressivement orné de mélanges lustrants ocre jaune, marron clair, vert ou noir. Le motif, identique à celui d'un carreau polychrome de Kairouan a été réalisé à l'aide d'un poncif. d : carreau après cuisson du décor. Le dépôt de mélanges lustrants est encore en place. Les mélanges ont changé de couleur allant du rouge au brun, à cause de la réduction du fer Fe^{3+} en Fe^{2+} (ph : Ollagnier, 2006).

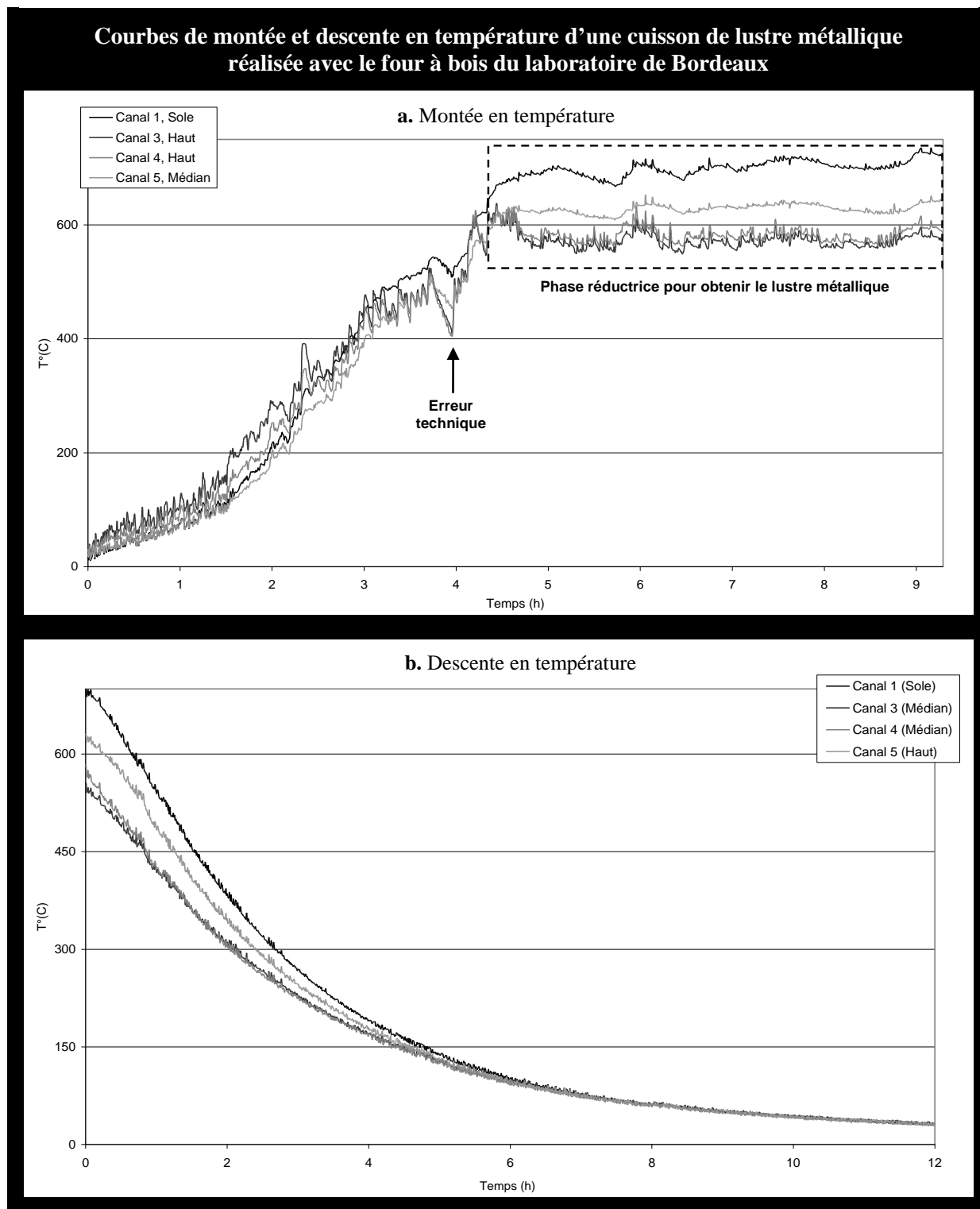


Figure n 100 : Courbes de montée et descente en température d'une cuisson de lustre métallique

a. Montée oxydante jusqu'à 200°C en 2h30, puis montée jusqu'au 550°C. Vers 550°C la réduction peut commencer. Celle-ci a duré 5 heures avec alternance de phases très réductrices et moins réductrices comme en témoignent les variations de température. Si, durant la montée oxydante l'écart thermique entre les niveaux de la chambre était relativement faible, il n'en n'est pas de même durant la réduction, un écart homothétique de 100°C pouvant être constaté entre la sole et le niveau haut.

b. courbe de descente après cuisson réductrice. La descente se fait naturellement, four fermé pour éviter la ré-oxydation du décor. La température baissera rapidement au début puis plus lentement pour atteindre 30°C au bout de 12 heures.

En résumé,

Le protocole thermique (conduite de la cuisson) est un élément déterminant pour l'obtention d'un décor de lustre métallique. La durée, la manière de rendre l'atmosphère du four réductrice (réduction forte), d'alterner de phases oxydantes ou réductrices, etc. et la température atteinte (et maintenue) conduiront aux couleurs recherchées en réflexion diffuse ou spéculaire. L'expérience du patricien est donc très importante dans la réalisation du décor de lustre métallique. Avec les mêmes objets, fours et conditions, les résultats de cuissons réalisées par des céramistes différents ne seraient pas les mêmes, selon leur maîtrise des différents paramètres à prendre en compte et à maîtriser.

11. Re-création d'un décor de lustre métallique : essais d'après les traités anciens

Les traités du Joaillier de Nishapur et d'Abu'l Qasem al Kashani, comportent les composants ainsi que des indications sur la préparation du mélange lustrant, avec lesquelles on pourrait, en théorie, réaliser des décors de lustre métallique. On a donc décidé de tester quelques unes des recettes évoquées pour en éprouver la valeur.

11.1. Essais réalisés d'après les recettes du Joaillier de Nishapur (1195 ap J.C.)

11.1.I. Choix des recettes

6 des 24 recettes citées dans le traité du **Joaillier de Nishapur** et interprétées par Porter, (Porter, 2003) ont été testées sur des carreaux de re-création (tableau 37). Elles servent à réaliser des décors dits « **rouge** », « **or** », « **feu** », « **noir** », « **vert émeraude** » et « **onyx** ».

Le choix s'est porté sur des recettes dont la traduction des composés ne présente pas d'ambiguïté et dont les composants peuvent être obtenus facilement à l'heure actuelle. D'après les métaux employés et leur concentration (ou teneur relative) on peut en déduire la couleur produite en réflexion diffuse pour chaque mélange (brun, jaune, vert) (tableau 37). Celles-ci ne correspondant pas aux couleurs mentionnées par le texte, tout laisse penser que le Joaillier évoque la couleur des reflets métalliques. Toutes ces recettes représentent de **faibles quantités** de mélanges lustrants, ce qui signifie une production de quelques objets par chauffage et couleur.

11.1.II. Préparation des mélanges

Les mélanges lustrants issus des 6 recettes choisies, ont été réalisés à partir des mêmes supports (terre cuite et glaçure de re-création) et **protocoles** que les re-créations des **carreaux** à décor à l'argent ou au cuivre : broyage manuel du mélange lustrant avec du vinaigre puis traitement thermique avec phase réductrice de 2 heures et descente en température par inertie.

Des précautions particulières ont été prises pour la préparation de ces échantillons :

- Étant donné la présence de **cinabre** (HgS) et de **réalgar** (AsS), dont les poudres et émanations gazeuses sont **toxiques**, la préparation des mélanges lustrant a été effectuée sous hotte aspirante.

- L'acétate de cuivre (ou vert-de-gris) étant **photosensible**, les mélanges lustrants en contenant, leur préparation (mélange, broyage, trempage au vinaigre), leur pose au pinceau et leur séchage ont été réalisés dans une pièce à luminosité limitée.

RECETTES MATÉRIAUX	R3 « Rouge »	R4 « Or »	R8 « feu »	R10 « noir »	R15 « vert émeraude »	R23 « onyx »
Manganèse				10 parts		1 <i>deram</i>
Vitriol bleu				1/6 de part		½ <i>danâk</i>
Vitriol vert			4 parts			
Argent calciné au S	1 <i>deram</i>	½ <i>deram</i>	2 parts	3 parts		1 <i>deram</i> ½
Cuivre calciné au S				3 parts	3 parts	
Cinabre	2 <i>deram</i>	3 <i>deram</i>	7 parts	1/4 de part		1 <i>danâk</i>
Vert-de-gris	6 <i>deram</i>		4 parts	1/4 de part		1 <i>danâk</i> ½
Réalgar	6 <i>deram</i>					
Hématite		1 <i>deram</i>				
Orpiment			2 parts			
Blanc d'étain					1 part	
Natron						1 <i>danâk</i>
Quantité estimée	172.5 gr	51.75 gr	19 parts	≈ 17 parts	4 parts	40.25 gr
Couleur déductible en réflexion diffuse d'après les composés	Ocre jaune/brun	vert	Jaune/ocre jaune	Vert/vert- jaune	Brun/rouge	Vert/vert- jaune

S : soufre ; Deram : 11,5 g ; Dânak : ¼ de deram (2.875 g)

Tableau n 37 : Composition de 6 recettes extraites du traité du Joaillier de Nishapur (traduction par Porter, 2003). Elles servent à créer des décors dits « rouge », « or », « feu », « noir », « vert émeraude » et « onyx ». Les quantités très réduites de mélange lustrant pour chaque recette, indique une production à petite échelle, voir même à des essais (Porter, 2003).









11.1.III. Résultats

Les résultats de ces expériences, effectuées à plusieurs reprises, ne sont **guères concluants** (fig 101a à f). En effet, aucun décor ne présente en réflexion diffuse ou spéculaire, la teinte annoncée par la recette.

a/ Teinte de décors en réflexion diffuse : les décors en réflexion diffuse se trouvent dans le domaine allant du **jaune-orange** à l'**orange-rougeâtre** (λ : 582 à 608 nm). Leurs saturations et luminances, qui peuvent varier fortement sur un même échantillon, en font des décors relativement sombres (Pe : 11 à 26 et L* : 14 à 30).

b/ Teinte des décors en réflexion spéculaire : seulement deux carreaux, présentent des reflets métalliques **vert-bleu** (BDX 10201a, λ : 562 nm) (fig 101a) ou **orangé** (BDX 10201b, λ : 588 nm) (fig 101b) sur des surfaces réduites qui sont difficiles à observer. On ne peut donc considérer qu'il s'agit de décors de lustres métalliques réussis.

c/ Composition des décors : les métaux **Cu⁰** (bande d'absorption à 560 nm) et **Ag⁰** (bande d'absorption ≈ 420 nm) sont présents en teneurs variables dans les décors (entre 0.3 et 1 % de Cu⁰ et d'Ag⁰), avec parfois de nettes différences pour un même échantillon, ce qui explique les variations de teintes et saturations observées. La composition étant très variable, il est difficile de la relier à une quelconque teinte en réflexion diffuse, contrairement à ce que l'on observe notamment à Kairouan (Bobin, 2001).

Recette (selon Porter)	Réflexion diffuse	Réflexion spéculaire
a. R3 « Rouge » (BDX 10201a)		
b. R4 « Or » (BDX 10201b)		
c. R8 « Feu » (BDX 10202a)		Nd
d. R10 « Noir » (BDX 10202b)		Nd
e. R15 « Vert émeraude » (BDX 10203a)		Nd
f. R23 « Onyx » (BDX 10203b)		Nd

Nd : aucun reflet métallique coloré de détecté

Figure n 101 : Série d'essais de re-créations d'après 6 recettes extraites du traité du Joaillier de Nishapur. Aucun carreau ne présente en réflexion diffuse (a) ou spéculaire (b), la teinte annoncée par la recette. Qui plus est, seuls deux échantillons ont un reflet métallique très faible.

11.1.VI. Discussions

Étant donné que les couleurs (en réflexion diffuse comme spéculaire) ne sont pas celles attendues et que très peu d'échantillons présentent des reflets métalliques, plusieurs questions se posent.

a/ *Les interprétations du texte sont elles erronées ?* Il n'est guère évident de traduire correctement certains termes, d'autant plus que l'auteur lui-même n'a peut être pas utilisé le bon vocabulaire.

b/ *Absence de certains paramètres* : comme le mentionne le traducteur (Porter, 2003) le texte est parfois lacunaire, d'où l'absence de certaines indications ou paramètres. On ne doit pas non plus négliger le fait que le texte étant destiné à des commanditaires non praticiens (nobles), l'auteur n'a pas du voir l'utilité (ou l'envie) de toute mentionner.

c/ *Présence et/ou nature de certains composants* : L'argent, le cuivre et le soufre, que nous avons évalués comme étant déterminants pour la réussite d'un décor de lustre métallique, se retrouvent dans les recettes.

- Le soufre est présent sous plusieurs formes : cuivre et argent grillés au **soufre**, vitriols (sulfates de fer ou de cuivre), cinabre (HgS), réalgar et orpiment (sulfures d'arsenic). Il est possible que ces composés demandent un protocole de cuisson particulier pour que le soufre qu'ils contiennent puisse servir de réducteur et ce uniquement durant la phase réductrice (le mercure s'évapore à 400°C), toute réduction précoce altérant la qualité du décor.

- Le **fer** est présent dans seulement deux recettes. Dans l'une il est présent sous forme de vitriol vert, un sulfure de fer (FeSO₄), tandis qu'il est sous forme d'hématite (Fe₂O₃) dans l'autre. Le fer contenu dans le vitriol vert, à l'état de valence **Fe²⁺** est un réducteur interne (Berger, 1992, Lee et al, 1992), tandis que dans l'hématite sa forme **Fe³⁺** protège le mélange de la ré-oxydation. L'absence de fer Fe³⁺, des recettes faciliterait la ré-oxydation des métaux et donc les difficultés d'obtention des décors.

d/ *Le protocole de cuisson* : la présence de composés soufrés qui peuvent réduire précocement ainsi que l'absence de fer Fe³⁺, laissent imaginer une conduite très complexe de la cuisson réductrice. Il paraîtrait donc logique que le protocole de cuisson pour réaliser ce type de décor, soit différent (intensité, durée) de celui qui a été élaboré et employé au laboratoire pour les autres re-créations. La cuisson devrait ainsi être uniquement réductrice, sans alternance avec des phases oxydantes. Ce protocole reste toutefois à déterminer.

11.2. Essais réalisés d'après les recettes d'Abu'l Kasim al Kashani (1301 ap J.C.)

Prendre un man et demi de réalgar et d'orpiment, un man de marcassite dorée et argentée, un batman de vitriol jaune et un quart [d'une pièce] de cuivre grillé, les broyer et en faire une pâte. Un quart de ce mélange est mélangé à six dirhams d'argent pur, grillé avec du soufre et moulu sur une pierre pendant 24 heures jusqu'à ce que ce soit extrêmement fin. Dissoudre alors le tout dans du verjus ou du vinaigre et en peindre les objets désirés, puis les placer dans un deuxième four construit à cette fin, et les enfumer légèrement pendant 72 heures, jusqu'à ce qu'ils atteignent la couleur des deux feux [qui est comme l'or]. Lorsqu'ils sont froids, les retirer et les froter avec de la terre humide afin que la couleur dorée ressorte. Certains ajoutent du minium et du vert de gris à cette préparation. En fait, l'hématite avec l'argent grillé donnent le même résultat. Ce qui a été régulièrement mis au feu réfléchit comme de l'or rouge et brille comme la lumière du soleil.

Extrait du paragraphe 27 du traité d'Abu'l Qasem (Allan, 1973).

11.2.I. Les recettes

Contrairement au **Joillier de Nishapur** qui cite 24 recettes dans son traité, **Abu'l Qasem** n'en propose que deux (Allan, 1973, Rouhfar, 2004) :

- La première est « complexe », faite de nombreux composés (réalgar, orpiment, marcassites, vitriol jaune, cuivre grillé, argent pur grillé au soufre, voir même minium et vert de gris).

- La seconde au contraire, est bien plus « simple » à réaliser (argent et ocre). Selon l'auteur, elle donne le même résultat, à savoir un **reflet métallique rougeâtre intense**.

Dans les deux cas, les recettes sont réalisées avec **plus d'argent** (argent grillé) que de cuivre (cuivre grillé, vert de gris), ce qui semble étonnant au vu des analyses réalisées sur les décors de lustre métallique Persan contemporains du texte, qui comportent systématiquement plus de cuivre que d'argent (partie 1 du chap 2). Étant donné les rapports cuivre/argent, on peut penser que le décor produit devrait avoir en réflexion diffuse, une teinte verte.

La recette « complexe » représente environ 2 kg de mélange lustrant sec, soit entre 11 et 50 fois plus que les masses évoquées par le Joillier. Il ne s'agit plus dans ce cas, d'une

production occasionnelle ou très réduite, mais bel et bien d'une **production industrielle** ce qui implique certainement plusieurs fours utilisés en parallèle et un fonctionnement d'atelier différent.

11.2.II. Préparation des mélanges

Les mélanges lustrants issus de ces recettes ont été réalisés (préparation et cuisson) selon le **même protocole** que les re-crétions effectuée d'après le traité du Joaillier de Nishapur, les mêmes composants s'y retrouvant. Le traitement thermique a été effectué selon le protocole employé pour les re-crétions de décor de lustre métallique à base d'argent (montée lente, réduction durant 2 heures, descente lente).

11.2.III. Résultats

Comme pour les recettes du Joaillier de Nishapur, **aucun résultat satisfaisant** ne ressort des essais de la recette « complexe » d'Abu'l Qasem, contrairement à la recette « simple » qui a produit un décor en réflexion diffuse comme spéculaire.

a/ *Teinte de décors en réflexion diffuse* : le décor issu de la recette « complexe » est **orange-rougeâtre** (λ : 605 à 609 nm) hétérogène (Pe : 32 à 48 et L* : 12 à 33) (fig 102a), contrairement au décor issu de la recette « simple » qui est **jaune-verdâtre** (λ : 571 à 573 nm) sombre (Pe : 40 à 43 et L* : 22 à 30) (fig 102b). Ce décor jaune-verdâtre, rappelle la teinte verte des carreaux monochromes verts de Kairouan (Bobin 2001, Bobin, 2003).

b/ *Teinte des décors en réflexion spéculaire* : **aucun reflet** métallique n'apparaît sur les carreaux réalisés avec la recette « complexe ». Ceux issus de la recette « simple » présentent des reflets métalliques **jaune-orange** (λ : 576 à 82 nm) avec sur toute la surface du décor, une forte intensité lumineuse (L* : 110 à 156 %) caractéristique des décors de lustre métallique « réussis » (fig 102b). Cette teinte jaune-orange « lumineuse » se rapproche de la teinte décrite par Abu'l Qasem, dite « or rouge », celle-ci correspond de nos jours, à un or allié de cuivre qui lui confère une tonalité plus ou moins orangée.

c/ *Composition des décors* : les métaux sont présents en teneurs variables (entre 0.2 et 0.7 % de Cu° et d'Ag°) dans le décor issu de la recette « complexe », ce qui empêche de relier la composition et la teinte en réflexion diffuse. Le décor issu de la recette « simple » contient environ 1 % d'Ag°, avec de légères différences selon la saturation du décor.




Recette (selon Allan)	Réflexion diffuse	Réflexion spéculaire
a. « Complexe » (BDX 10205)		nd
b. « Simple » (BDX 11804)		

Figure n 102 : Essais de re-crétion d'après les recettes extraites du traité d'Abu'l Qasem al Kashani.

a. Le décor brun issu de la recette « complexe » à base d'argent, de cuivre et de composés de soufre et de fer ne présente aucun reflet métallique

b. Le décor vert issu de la recette « simple » à base d'argent et d'ocre, présente un reflet métallique jaune-orange très intense.

Nd : aucun reflet métallique coloré de détecté

11.2.VI. Discussion

Étant donné que la recette « complexe » n'a pas donné les résultats attendus contrairement à la recette simple, plusieurs questions se posent.

a/ *Les interprétations du texte sont elles erronées ?* Il n'est guère évident de traduire correctement certains termes, d'autant plus que l'auteur lui-même n'a peut être pas utilisé le bon vocabulaire.

b/ *Absence de certains paramètres* : contrairement au traité du Joaillier de Nishapur, le texte ne semble pas lacunaire, mais toutes les informations ne sont peut être pas mentionnées car il destiné à des commanditaires non praticiens (nobles). On ne peut non plus négliger le fait que l'auteur ne voulait peut pas tout dévoiler de ce qu'il considérait peut être comme un secret professionnel familial.

c/ *Présence et/ou nature de certains composants* : L'argent, le cuivre et le soufre, que nous avons évalués comme étant déterminants pour la réussite d'un décor de lustre métallique, se retrouvent dans les deux recettes.

- Le soufre est présent sous plusieurs formes : cuivre et argent grillés au **soufre**, vitriol (sulfates de fer ou de cuivre), réalgar et orpiment (sulfures d'arsenic). Il est possible que ces composés demandent un protocole de cuisson particulier pour que le soufre qu'ils contiennent puisse servir de réducteur et ce uniquement durant la phase réductrice, toute réduction précoce altérant la qualité du décor.

- Le **fer** est présent dans les deux recettes. Dans la recette « complexe » il est présent sous forme de marcassite, un sulfure de fer (FeS_2), tandis qu'il est sous forme d'ocre (Fe_2O_3) dans la recette « simple ». Dans la marcassite le fer est à l'état de valence Fe^{2+} qui est un réducteur interne (Berger, 1992, Lee et al, 1992), tandis que dans l'ocre sa forme Fe^{3+} protège le mélange de la ré-oxydation. Nous sommes ainsi en présence du même élément, mais avec des conséquences différentes pour les mélanges. L'absence de fer Fe^{3+} , du mélange « complexe » facilite la ré-oxydation des métaux et donc les difficultés d'obtention des décors.

d/ *Le protocole de cuisson* : la présence de composés soufrés qui peuvent réduire précocement ainsi que l'absence de fer Fe^{3+} , laissent imaginer une conduite très complexe de la cuisson réductrice. Il paraîtrait donc logique que le protocole de cuisson pour réaliser ce type de décor, soit différent (intensité, durée) de celui qui a été élaboré et employé au laboratoire pour les autres re-crétions. On peut imagine une cuisson uniquement réductrice, sans alternance avec des phases oxydantes.

En résumé,

Les recettes mentionnées par le Joaillier de Nishapur et traduites par Y.Porter, n'ont donné aucun résultat satisfaisant. Étant donné que la composition des mélanges lustrants semble convenable (argent, cuivre, soufre), on peut supposer qu'il s'agit d'un problème lié au traitement thermique qui n'est peut être pas adapté aux matériaux employés.

La recette « complexe » d'Abu'l Qasem, proche de celles décrites par le Joaillier, n'a pas non plus donné de résultats satisfaisants, probablement à cause des matériaux qu'elle contient (composés de soufre, Fe^{2+} et non Fe^{3+}) qui rendent la conduite du traitement thermique et/ou de la réduction, difficiles. Le décor obtenu à partir de la recette « simple » a pour sa part donné les résultats escomptés, l'argent grillé au soufre et l'ocre permettant de réaliser un décor présentant des reflets métalliques colorés.

12. Bilan : la composition et la préparation du mélange lustrant

A l'heure actuelle, on ne sait rien de l'origine de cette technique, ni des raisons qui ont guidé les choix techniques des premiers praticiens. La production Mésopotamienne du IX^{ème} s ap J.C. dont fait partie la série du mihrab de Kairouan est la plus ancienne connue, mais aussi la plus aboutie. Sans balbutiements, ni étapes intermédiaires -qui ont obligatoirement existé- il est difficile d'accéder à la genèse de la technique. Qui plus est, contrairement aux argiles locales qui étaient employés, les composés rares ou précieux (métaux) provenaient du commerce, notamment des Routes de la Soie, par lesquelles marchandises, idées et... artisans circulaient.

Le choix des matériaux qui entraient dans la composition des mélanges lustrants n'était pas dû au hasard, chaque composant (ou presque) participant à l'obtention ou à la protection du décor. Il en est de même pour la préparation du mélange, ou les opérations même les plus simples (broyage, tamisage), étaient importantes pour l'obtention d'un décor de qualité. Le traitement thermique découlait de cette préparation et inversement.

La préparation du mélange est actuellement une étape quelque peu oubliée par les céramistes contemporains, qui utilisent des matières premières déjà broyées et calibrées : le changement de teinte du mélange durant le broyage devait alerter le praticien que la dimension de mouture souhaitée était atteinte. L'emploi de vinaigre et non directement d'acétates, permet d'ioniser tous les composés du mélange lustrant et en facilitent le broyage... Ces paramètres, sont à eux seuls responsables des différences de teintes observées en réflexion diffuse entre les premiers essais de re-crétations effectué au laboratoire et ceux issus de ce travail. Temps gagné d'un côté, temps perdu de l'autre...

V. Production de carreaux à décor de lustre métallique

Les décors de lustre métallique produits et caractérisés au laboratoire, sont tous réalisés à partir de Cu^0 et d' Ag^0 . Avant de re-crée des décors mixtes cuivre/argent, on a choisi d'étudier chacun séparément, pour déterminer son comportement et évaluer son impact sur les décors. Cette étape préalable permettra de déterminer certains paramètres, notamment concernant le traitement thermique (température, durée, protocole).

Elle permettra aussi, à travers l'étude des dépôts de mélanges lustrants après cuisson, d'observer nettement l'échange ionique alcalins (Na^+ et K^+) / ions métalliques (Ag^+ ou/et Cu^{2+}) mentionné dans la littérature et qui n'était jusqu'à présent, perceptible qu'à travers les analyses d'objets anciens.

Enfin, grâce au précieux concours de plusieurs membres de notre équipe (Dr. Firouz Bagherzadeh et M^{lle} Toshie Takahashi), nous aborderons l'exemple de décors de lustre métalliques réalisés uniquement à partir d'argent, à travers la production contemporaine du céramiste japonais Takuo Kato (1917-2005), Trésor National Vivant dans son pays (équivalent de Maître d'Art en France).

Mots-clés : Céramique glaçurée ; Takuo Kato ; Décor de lustre métallique ; Argent ; Cuivre ; Échange ionique ; Interdiffusion ; Iran ; Mélange lustrant ; Tajimi.

1. Réalisation de décors de lustre métallique à base d'argent ou de cuivre

1.1. Paramètres modifiés durant les re-crétions

Chaque essai de re-crétion a été systématiquement effectué en **parallèle** sur les carreaux au cuivre ou à l'argent, pour obtenir des conditions les plus proches possibles. Pour faciliter la compréhension des phénomènes mis en jeu, **un seul paramètre** a été modifié par essai et répété pour vérifier sa validité. Seuls les résultats les plus pertinents sont présentés dans cette étude.

Ces paramètres modifiables se répartissent en plusieurs catégories :

- **nature** des **sels** métalliques : oxydes, sulfures, métaux.
- **préparation** des **sels** métalliques : calcination au soufre.
- **teneur** en **sels** métalliques des mélanges et ajout d'autres composés : changement des rapports sels/ocre, introduction de fer, soufre.
- **broyage** des **mélanges** lustrants : conditions (mortier d'agate, mécanique), durée, ajout ou non de vinaigre.
- **application** des **mélanges** lustrants : pose au calame ou au pinceau, en couche fine, épaisse
- **cuisson au four à bois** : disposition des carreaux dans le four, durée et intensité de la réduction, température.

1.2. La préparation des mélanges

a/ *Nature et préparation des sels métalliques* : D'après les recettes et essais effectués, nous avons privilégié l'utilisation de **sulfures** et de **métaux** (poudres). Pour éviter de devoir produire à chaque essai des métaux calcinés, des quantités de l'ordre d'une dizaine de grammes ont été préparées à l'avance puis conditionnées à l'abri de l'air et de la lumière pour une utilisation ultérieure.

b/ *Teneurs en sels métalliques des mélanges lustrants* : D'après les observations effectuées sur les décors archéologiques, on attribue la teinte verte en réflexion diffuse à l'argent, à la différence des décors ocres et bruns qui sont associés au cuivre. Pour vérifier cette proposition, différentes teneurs en métaux ont été testées, modifiant les **rappports sels métalliques/ocre**. Ces rapports ont évolué de 1 part de sels métalliques pour 1 part d'ocre (1/1), à une 1 part de sels pour 12 d'ocre (1/12). Hormis pour les tests concernant le fer et le soufre, aucun autre élément n'a été ajouté au mélange de base composé d'ocre, de vinaigre et de sels métalliques.

c/ *Broyage des mélanges lustrants* : Selon Allan Caiger-Smith, céramiste anglais contemporain (Caiger-Smith, 1989), plus les particules sont fines, plus le matériau est sensible à la réduction, d'où la nécessité d'un broyage. Suite à des essais (point IV-chap 2), de 10 minutes à 6 heures, il a semblé qu'une durée moyenne de **2 heures** de broyage manuel est optimale, la teinte et la finesse des mélanges de sulfures comme des métaux évoluant peu au delà de cette durée. Les traités anciens mentionnant l'utilisation de **vinaigre** (point IV-chap 2) et la pratique, (atelier de la Mosquée de Hérât), indiquant l'emploi d'un liquide, il a été décidé de broyer avec du vinaigre.

d/ *Application des mélanges lustrants* : Les mélanges lustrants ont été appliqués majoritairement au **pinceau** et dans quelques cas au **calame**. Il a été posé quand cela était possible, en **couche unique et homogène**. Des essais d'application de couches très fines, épaisses ou superposées, ont été pratiqués pour évaluer aussi leur impact sur le résultat.

1.3. La cuisson réductrice

a/ *Enfournement des carreaux sur les 3 niveaux du four à bois de re-création* : Chaque « éprouvette » avec un mélange lustrant a été réalisé en 3 exemplaires strictement identiques, qui ont été placés sur les 3 **niveaux d'enfournement** que comporte le four à bois de re-création (chap I) pour évaluer l'influence de la température sur les décors. On sait, grâce aux mesures effectuées, que la sole -partie la plus proche du foyer- est plus chaude que les autres niveaux ($\Delta\theta$: 20 à 80°C à 550°C). Le niveau médian a une température variant entre celle de la sole et du niveau haut, selon la température atteinte. Enfin, le niveau haut est le plus stable thermiquement, avec une température inférieure à celle de la sole et du niveau médian.

b/ *Moment choisi pour la réduction* : On peut l'effectuer en **montée, palier** ou encore durant la **descente** de température. Les trois protocoles ont été testés, avec une **préférence** pour un **palier** de réduction, car cette technique permet une **bonne pénétration** des **ions** dans la matrice avant leur réduction. Dans le cas d'une réduction en montée, si celle-ci s'effectue précocement elle peut empêcher ou limiter l'interdiffusion des ions. Si, par contre, la réduction est pratiquée durant la descente, il s'avère difficile d'ajouter régulièrement des fumigènes, le four étant scellé par de l'argile pour éviter les déperditions de chaleur.

c/ *La température de réduction* : Nous ne possédons à l'heure actuelle, aucune information « ancienne » concernant la température de réduction des décors de lustre

métallique. D'après Barry (Barry, 1995) qui a réalisé l'une des interprétations du traité d'Abu'l Qasem, cette température serait de 650°C. Il a été décidé d'effectuer des essais entre **400** et **700°C**, pour déterminer les paliers de températures inférieurs et supérieurs de réalisation des décors.

d/ *Durée de la réduction* : Il est difficile d'évaluer une **durée de la réduction**, celle-ci variant en fonction de la dimension du four, de son tirage, des combustibles employés, du mélange lustrant employé et de la maîtrise des céramistes. Les textes anciens ne mentionnent que la durée de cuisson nécessaire pour réaliser toutes les étapes de l'argile crue non préparée jusqu'aux décors finis, soit environ 72 heures (Caiger-Smith, 1989 ; Barry, 1995, Rouhfar, 2004). Des informations sur la durée de réduction, ont été recherchées du côté des rares artisans céramistes contemporains qui utilisent des fours à bois de petit volume. Ces durées de réduction sont brèves, comme chez le céramiste japonais Takuo Kato (Kato, 1982) (chap XIII) qui réduisait durant 1 heure. Le choix s'est ainsi porté sur des essais de réduction d'une durée comprise entre **1** et **5 heures**.

e/ *Intensité de la réduction* : Selon les interprétations du traité d'Abul Qasem par Ritter (Ritter, 1935), Allan (Allan, 1973) et Rouhfar (Rouhfar, 2004), la **réduction** est « **légère** », c'est-à-dire partiellement oxydante. Barry (Barry, 1995) évoque une réduction « **forte** », où l'atmosphère est en permanence saturée par la fumée. Enfin, Caiger-Smith (Caiger-Smith, 1989), propose une **alternance** de phases oxydantes et réductrices, combinaison des formes précédentes. Les trois protocoles ont été essayés, avec une **préférence** pour l'**alternance** des phases.

Cette alternance permet aux fumigènes introduits (ici de la fougère) de brûler suffisamment avant d'en rajouter d'autres et ce, sans saturer le foyer de matière non carbonisée. La réduction « légère » est dans la pratique difficile à maintenir sans basculer complètement en atmosphère oxydante, ce qui ré-oxyderait les métaux. Enfin, une réduction « forte » est aussi difficile à contrôler car elle entraîne rapidement une baisse de la température et nécessite le scellement de toutes les ouvertures du four (hormis la cheminée pour ne pas entraîner de surpression).

1.4. Utilisation du diagramme d'Ellingham

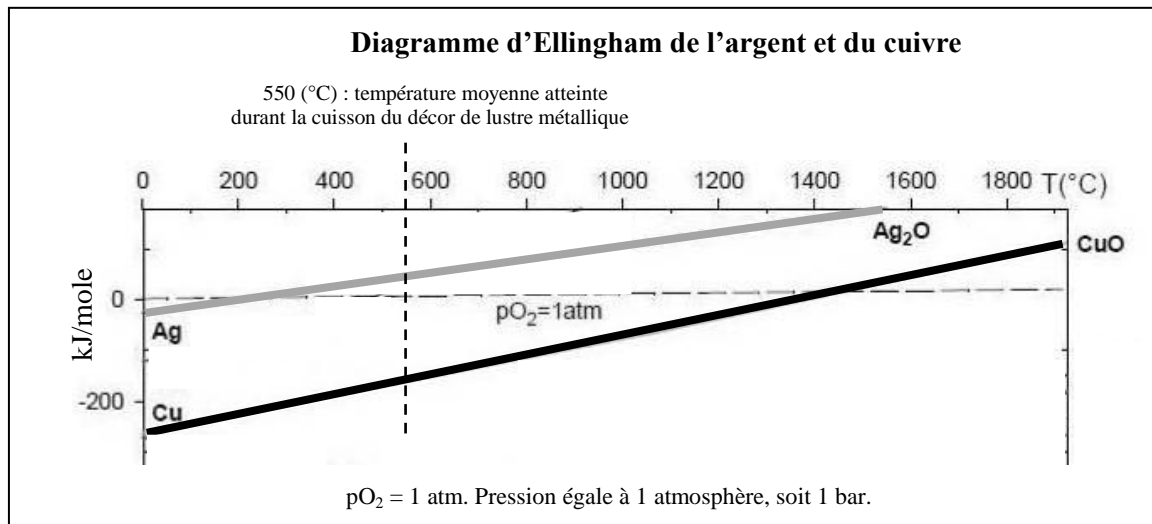
Les textes anciens apportent peu d'informations sur les paramètres de cuisson (température, réduction, etc.), il faut se tourner vers la thermodynamique pour essayer de déterminer au mieux les paramètres permettant de réduire efficacement les sels d'argent et de cuivre. Pour cela on utilise le **diagramme d'Ellingham*** (fig 104), employé notamment dans l'industrie métallurgique pour déterminer les propriétés des métaux et leur comportement en fonction de la température et de la pression (Grecias et Tejedor, 2006).

a/ *Des sels d'argent à l'argent métallique* : Pour une **pression** de l'**air ambiant** moyenne de 1 atmosphère (soit 10^5 Pa ou 1 bar) contenant 20 % d'oxygène, l'**oxyde d'argent** est **réduit** en argent métallique à environ **280°C** (fig 104) (Grecias et Tejedor, 2006). Ces conditions facilement produites par les hommes du passé, expliquent que les vitraux européens du XV^{ème} s ap J.C. décorés au jaune d'argent* soient composés d'argent métallique, bien que cuits en atmosphère oxydante. Un décor de lustre métallique chauffé à 550°C et uniquement composé d'un mélange lustrant à base de sels d'argent, pourrait ainsi en théorie, être réalisé en cuisson oxydante.

b/ *Des sels de cuivre au cuivre métallique* : Pour 1 atmosphère de pression (soit l'air ambiant), **les sels de cuivre** nécessitent une température de **1500°C** pour obtenir du cuivre

métallique (fig 104) (Grecias et Tejedor, 2006). La réduction des sels de cuivre nécessitant une haute température que les fours des potiers anciens du monde musulman ne pouvaient atteindre, une **phase réductrice** (privation d'oxygène et modification de pression), devait obligatoirement être effectuée.

La réduction était donc nécessaire pour générer des décors de lustre métallique. Sans réduction aucun décor au cuivre n'était produit, tandis que l'argent ne donne que quelques tâches de décor en réflexion diffuse. Cela implique aussi que les céramistes devaient **s'adapter à chaque four**, chacun chauffant, tirant et donc réduisant de manière différente.



kJ/mole : kilojoule par mole. Énergie contenue dans une mole.

Figure n 104 : Pour une pression équivalente à celle de l'air ambiant ($p_{O_2} = 1 \text{ atm}$), l'oxyde d'argent est réduit à 280°C , tandis que le cuivre nécessite 1500°C . L'application d'une réduction est donc nécessaire pour pouvoir réduire correctement le cuivre autour de 600°C . (Grecias et Tejedor, 2006).

1.5. Décors à l'argent

1.5.1. La température de réduction

Pour déterminer une température optimale de réduction des décors de re-création à base de sels d'argent, des essais ont été réalisés en four à bois entre 450 et 700°C .

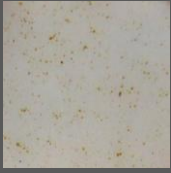

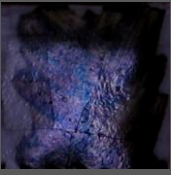

a/ *A moins de 500°C* : la glaçure de re-création commençant à peine à ramollir, elle empêche un échange ionique correct et donc la formation du décor. Soit on n'observe aucun décor, soit quelques **points jaune-vert** en réflexion diffuse (fig 105a) sans reflets métalliques.

b/ *Entre 500 et 600°C* : se trouve la **plage de température adéquate** pour la formation du décor. Celui-ci se forme systématiquement et présente une teinte **verte** plus ou moins saturée en réflexion diffuse (fig 105b), associée à des **reflets** métalliques de couleur variable mais le plus souvent **bleu, vert-bleu** ou **jaune**.

c/ *Au-delà de 600°C* : le décor change peu à peu de teinte avec la montée en température, prenant une teinte **beige-gris** en réflexion diffuse, sans reflet métallique. Il est considéré comme « surcuit » (fig 105c).

Bien que le diagramme d'Ellingham mentionne que les sels d'argent peuvent être réduits à basse température, on ne doit pas négliger la température de ramollissement de la matrice vitreuse qui conditionne la formation du décor. Dans notre cas il s'agit d'un **minimum de 500°C**. Au-delà de cette température, le décor à l'argent se forme correctement (diffus vert et spéculaire) jusqu'à environ **600°C**. Cela correspond généralement à la température du niveau haut du four.

Dès que cette température est dépassée régulièrement (niveau médian, sole), le décor change de teinte et les reflets métallique disparaissent. Ce changement de teinte pourrait être dû à une forte croissance des colloïdes (> 100 de nm de diamètre ?) ou/et leur enfoncement progressif dans la glaçure ramollie.

Température moyenne de réduction	Réflexion diffuse	Réflexion spéculaire	Commentaires
< 500°C		Pas de reflet métallique coloré	a. BDX 9532 RD : rares points jaune-verts. RS : nd
500-600°C			b. BDX 10418 RD : vert. RS : reflets bleus et mauve
> 600 °C		Pas de reflet métallique coloré	c. BDX 9590c RD : beige pale à gris clair RS: nd

RD : réflexion diffuse ; RS : réflexion spéculaire

Figure n 105 : Carreaux de re-création dont le décor à base de sels d'argent a été chauffé en réduction entre 450 et 700°C. a. A moins de 500°C, la glaçure commençant à peine à ramollir, on n'observe que quelques points jaune-vert apparaissant en réflexion diffuse.

b. Entre 500 et 600°C le décor est généralement vert, avec des reflets métalliques variables, ici bleus et mauve.

c. Au-delà de 600°C, le décor change de teinte, virant au beige-gris en réflexion diffuse, sans reflet métallique.

1.5.II. Durée de réduction

Bien que la présence de réducteurs ne soit en théorie, pas obligatoire pour réduire les sels d'argent, on observe quelques **tâches jaunes** de décor en réflexion diffuse lorsqu'il n'y a pas d'atmosphère réductrice (fig 106a).

Dès qu'un réducteur est introduit, on obtient le **décor vert** précédemment observé. La durée de la réduction ne semble pas avoir d'influence sur cette teinte, des verts clairs ou sombres étant obtenus indifféremment.

Ces décors ont des reflets métalliques diversement colorés (fig 106b,c,e,f), pour lesquels nous n'avons pu déterminer l'influence de la réduction sur la teinte.

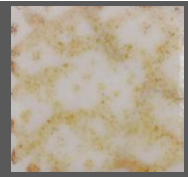
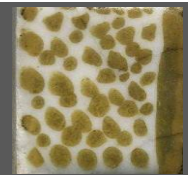
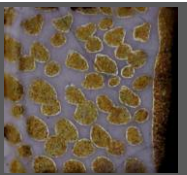

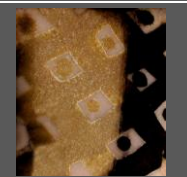

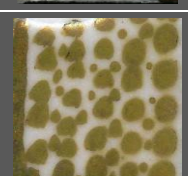
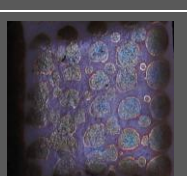
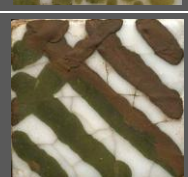
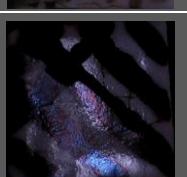
Durée de la réduction	Réflexion diffuse	Réflexion spéculaire	Commentaires
Pas de réduction		Pas de reflet métallique coloré	a. BDX 9530 RD : petites zones jaune irrégulières RS : nd.
Durée de la réduction	Réflexion diffuse	Réflexion spéculaire	Commentaires
1 heure			b. BDX 10607 RD : vert clair RS : reflets orangés cernés de doré
2 heures			c. BDX 10633 Dépôt en place sur la partie droite RD : vert clair RS : reflet jaune-orange
3 heures		Reflets d'intensité trop faible pour être photographiés	d. BDX 10497 Dépôt en place sur la partie inférieure RD : vert clair RS : légers reflets bleus bordés de doré
4 heures			e. BDX 9898 RD : vert clair RS : vert-bleu clair cerné de doré
5 heures			f. BDX 10498 Dépôt en place sur la partie droite RD : vert foncé RS : reflets bleus ou roses

Figure n 106 : Carreaux de re-création (2 x 2 x 1 cm) dont le décor à base de sels d'argent a été chauffé en réduction à $\approx 550^{\circ}\text{C}$ pendant une durée de 1 à 5 heures. a. Par comparaison, sans réduction, seuls quelques points de décor jaune-vert se forment. b à f. La durée de réduction ne semble pas influencer la teinte du décor vert en réflexion diffuse. Les reflets métalliques sont principalement dorés (b et c), bleu-vert (e) ou encore bleu (f). Dans ce cas on est en présence d'une majorité de petites particules dont la résonnance couvre la diffusion des moyennes et grosses générées.

1.5.III. Couleur des décors à l'Ag°

Réflexion diffuse : le décor perçu en réflexion diffuse est **vert**. La longueur d'onde mesurée est comprise entre 583 à 595 nm, ce qui correspond au domaine colorimétrique du **jaune**. Cette teinte verte, est **saturée** (Pe : 21 à 34 %) et de **luminosité variable** selon les échantillons (L^* : 31 à 58 %). Elle résulte d'un mélange inégal de jaune et de vert, avec une majorité de jaune. Ces résultats se rapprochent des observations effectuées sur les carreaux à décor vert de Kairouan, composés en majorité d'argent. La seule différence est que ceux-ci se situent plus franchement dans le domaine jaune-vert (Bobin, 2001 ; Bobin 2003) peut être à cause de la présence de cuivre ou de la manière dont s'est effectuée la montée en température.

Réflexion spéculaire : les reflets observés sont majoritairement **vert-bleu** (λ : 560 à 563 nm), **bleu** (λ : 476 à 478 nm) et **jaune doré** (λ : 575 à 578 nm) avec une réflectance variable (L^* : 50 à 110 %) selon la saturation du décor en réflexion diffuse et donc sa teneur en métal. Ces teintes de reflets se retrouvent aussi sur les carreaux de Kairouan à décor vert en réflexion diffuse (Bobin, 2001 ; Bobin 2003).

1.5.IV. Teneur en Ag° des décors

Ces décors contiennent en moyenne 1.10 ± 0.05 % d'argent atomique [Ag_2O : 4.1 ± 0.18 %]. La nature métallique de l'argent a été confirmée par spectroradiométrie d'absorption optique avec des pics caractéristiques d' Ag° à 440 ou **450 nm** selon les carreaux. Sur aucun des échantillons de re-création nous n'avons détecté la présence d'argent ionique Ag^+ . La teneur en métal varie en fonction de la saturation des décors en réflexion diffuse, indicateur de la quantité d'argent qui a pénétré et été réduit dans la glaçure. Les décors qui ont été trop chauffés contiennent des teneurs en argent sensiblement identiques à celles des autres décors, laissant penser que le changement de teinte est dû à la dimension ou à la localisation des colloïdes métalliques.

1.5.V. Reproductibilité des décors à l'argent

La **reproductibilité** des décors à l'argent est **bonne** lorsque les conditions de cuisson sont correctes. Si la température dépasse les $600^\circ C$ sur une longue durée, la teinte des décors va tendre vers le gris et entraîner la disparition des reflets métalliques.

En résumé,

La théorie et la pratique ont montré que les sels d'argent sont réduits facilement en Ag° . En effet, hormis des erreurs de cuisson ou des conditions inadaptées (température trop faible ou trop élevée), on obtient systématiquement un décor vert de saturation variable en réflexion diffuse. Celui-ci présente généralement des reflets métalliques colorés de toutes les teintes du spectre, avec une majorité de jaune doré, vert-bleu ou bleu, liés à la dimension des particules.

1.6. Décors au cuivre

1.6.I. Quelques indications sur le comportement du cuivre en réduction

D'après le Dr Elzbieta Greiner Wronowa (Faculté des Sciences de Cracovie, Pologne), le cuivre est difficile à réduire puis à maintenir sous cette forme. Il existerait deux **limites** théoriques à ne pas franchir, qui ont été testées en re-création. La première est de ne pas dépasser la température de réduction de **$650^\circ C$** , pourtant souvent évoquée dans la littérature (Barry, 1995) car celle-ci est **très élevée**. La seconde est la durée de la **réduction**, qui doit être **brève** (pas plus de 2 heures) pour éviter la coalescence et une réoxydation du cuivre réduit.

1.6.II. Température de réduction

Pour déterminer une température optimale de réduction des décors de re-création à base de sels de cuivre, des essais ont été réalisés en four à bois entre 450 et $750^\circ C$.

A moins de $600^\circ C$: on n'observe pas ou peu de **décor** en réflexion diffuse (fig 107a), les conditions de température et de pression ne semblant pas suffisantes (diagramme d'Ellingham) pour former des colloïdes. Lorsque le décor est présent, il est observable sous

forme de petites zones rose-rougeâtre peu saturées en réflexion diffuse et sans reflets métalliques.

Entre 600 et 680°C : se trouve la **plage de température** la plus **adéquate** pour la formation du décor. Elle correspond, selon la cuisson, au niveau médian du four, à la sole, voire aux deux niveaux. L'apparition d'un décor en réflexion diffuse n'est pas systématique, mais lorsque celui-ci est formé, il est de teinte **rose-rougeâtre** ou **brune** plus ou moins saturée.

Les reflets métalliques associés, bien que pouvant présenter toutes les couleurs du spectre, sont principalement **violet**, **roses**, **orangés** et **bleus** (fig 107b). Même si, en théorie, le cuivre supporte mal des températures supérieures à 650°C (Greiner Wronowa, 2006), il s'avère en pratique que les décors de la meilleure qualité sont produits autour de cette température, comme le mentionne l'interprétation du traité d'Abu'l Qasem par Barry (Barry, 1995). L'intensité de la réduction ainsi que la matrice vitreuse, jouent peut-être un rôle dans ce décalage constaté de plages de températures.

Au-delà de 680°C : contrairement au décor à l'argent qui change de teinte, la **saturation** des décors au cuivre **diminue** jusqu'à sa disparition complète. Cet affadissement progressif, considéré comme un « surcuit », suggère que le ramollissement « excessif » de la glaçure a entraîné trop profondément les colloïdes dans la matrice pour qu'ils soient perceptibles à l'œil. Il est aussi possible que le Cu^0 soit passé à l'état Cu^+ , qui ne colore pas.


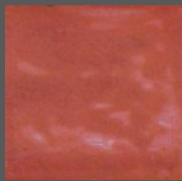
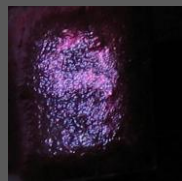
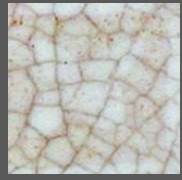
Température moyenne de réduction	Réflexion diffuse	Réflexion spéculaire	Commentaires
< 600°C		Pas de reflet métallique coloré	a. BDX 9550 Traces de dépôt rouge LD : nd RMC : nd.
600-680°C			b. BDX 9556 LD : rose-rougeâtre. RMC : reflets rose et violet
> 680 °C		Pas de reflet métallique coloré	c. BDX 9725 Détail d'un carreau de 21x21x1 cm RD :décor rougeâtre presque invisible RS : nd

Figure n 107 : Carreaux de re-création dont le décor à base de sels de cuivre a été chauffé en réduction entre 450 et 750°C.

a. A moins de 600°C, on n'observe aucun décor en réflexion diffuse.

b. Entre 600 et 680°C, le décor est rose-rougeâtre avec des reflets métalliques associés violet et rose.

c. Au-delà de 680°C, le décor s'affadit progressivement.

1.6.III. Durée de réduction

Des cuissons dont la durée de réduction est comprise entre **0** et **5 heures**, ont été menées pour tester l'influence de la durée sur les décors. Comme l'indique le diagramme d'Ellingham, **sans réduction aucun décor** se forme, la pression de l'atmosphère du four n'étant pas suffisante (fig 108a). Lorsque la réduction a été maintenue efficacement durant **60**

minutes, on obtient en réflexion diffuse, en fonction de la teneur en métal, un décor **brun** (fig 108b) ou **rose-rougeâtre** rougeâtre saturé, qui présente souvent des reflets métalliques bleus (fig 108b) ou violets. Quand la **durée** de réduction **augmente**, la **qualité** du décor **diminue**, la teinte en réflexion diffuse s'éclaircissant (fig 108c à e) jusqu'à ne plus être visible (fig 108f). Lorsqu'ils sont présents, les reflets métalliques bleus, violets (fig 108d), roses ou oranges ont une intensité identique ou légèrement inférieure à celle des décors réduits durant 1 heure.

On conclut que la **durée** de réduction la plus appropriée pour les décors à base de sels de cuivre réalisés au laboratoire, se situe autour de 1h30. Une courte durée limite les risques de réoxydation du décor, le cuivre étant très sensible aux changements de pression de l'atmosphère dans le laboratoire (Greiner Wronowa, 2006). Le céramiste japonais Takuo Kato (Kato, 1982) pratiquait d'ailleurs avec succès, une réduction d'une durée d'une heure.

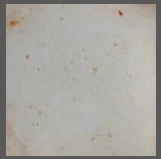
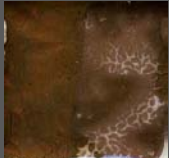






Durée de la réduction	Réflexion diffuse	Réflexion spéculaire	Commentaires
Pas de réduction		Pas de reflet métallique coloré	a. BDX 9550 Légères traces orangées de mélange lustrant RD : nd RS : nd.
Durée de la réduction	Réflexion diffuse	Réflexion spéculaire	Commentaires
1 heure			b. BDX 10420 Dépôt en place sur la partie gauche RD : brun RS : reflets bleus clair.
2 heures		Pas de reflet métallique coloré	c. BDX 10424 RD : rose sombre tirant sur le brun RS : aucun
3 heures			d. BDX 10498 Dépôt en place sur la partie droite RD : rouge pâle. RS : quelques reflets bleu et violet
4 heures		Pas de reflet métallique coloré	e. BDX 10608 RD : rouge pale uni. RS : aucun
5 heures		Pas de reflet métallique coloré	f. BDX 10635 RD : rouge très pâle lorsqu'il est visible. RS : aucun

Figure n 108 : Carreaux de re-création (2 x 2 x 1 cm) dont le décor à base de sels de cuivre a été chauffé en réduction à $\approx 630^{\circ}\text{C}$ durant 1 à 5 heures. a. Par comparaison, sans réduction aucun décor ne se forme en réflexion diffuse comme en spéculaire. b à f. la teinte du décor, brune en réflexion diffuse après une heure de réduction (b) s'éclaircit au fur et à mesure jusqu'à ne plus être visible (e). La présence de reflets métalliques bleus ou violets est souvent aléatoire et sur des zones limités (b,d).

1.6.IV. Couleur des décors au Cu°

Réflexion diffuse : le décor perçu rose-rougeâtre se trouve dans le domaine chromatique **orange-rougeâtre** (λ : 604 à 608 nm), tandis que le brun se trouve dans un domaine chromatique allant du **jaune-orange** à l'**orange** (λ : 582 à 589 nm). Les faibles valeurs de la saturation et de la réflectance, en font des décors relativement sombres (Pe : 16 à 42 et L* : 26 à 35).

Réflexion spéculaire : les reflets obtenus peuvent être de **toutes les teintes du spectre**, même si on a pu observer une **majorité** de reflets métalliques de teinte **bleue** (λ : 481 à 483 nm), **orange** (λ : 586 à 589 nm) ou **bleu-pourpre** (« violet ») (λ : 426 à 430 nm). Les reflets perçus roses se trouvent dans le domaine **pourpre** (λ « secondaire » : 536 à 554 nm). Lorsqu'ils sont présents, ces reflets ont une luminance élevée (L* : 61 à 110), caractéristique des décors de lustre métallique.

Le décor perçu rose-rougeâtre, n'existe pas à Kairouan, contrairement au brun. (Bobin, 2001 ; Bobin 2003). Cette teinte rose-rougeâtre pourrait être caractéristique des décors composés uniquement de cuivre, comme c'est le cas de certains objets d'origine mésopotamienne (Chabanne, 2005). Elle pourrait aussi être une conséquence de conditions de réduction inappropriées (ex : ré-oxydation) pour réaliser un décor brun en réflexion diffuse.

1.6.V. Teneur en Cu° des décors

Ces décors ont des **teneurs** en métal très **variables**, selon les niveaux de formation du décor et de sa saturation. L'état métallique des décors, a été confirmé par la présence de pics d'absorption optique caractéristiques du cuivre zéro autour de 560 nm (Magruder *et al*, 1991). Aucun pic caractéristique des ions cuivre n'a été détecté.

Un décor complètement formé et relativement saturé, contient en moyenne 1.32 ± 0.26 % de cuivre atomique [CuO : 4.56 ± 0.89 %]. Quelques décors peuvent contenir davantage de métal, notamment certains décors **rose-rougeâtre** qui ont une teneur de 4.51 ± 0.34 % de cuivre atomique [CuO : 15.11 ± 1.07 %]. Cette teneur en métal très élevée se retrouve rarement dans les lustre anciens, hormis dans les décors bruns de Kairouan, dont la teneur oscille entre 3 et 4 % atomiques (Bobin, 2001).

Les décors dont la température a dépassé 700°C lors de la réduction et qui sont, le plus souvent quasiment invisibles, contiennent eux aussi du cuivre atomique (pic de SAO du Cu° à 560 nm) en proportions variables (de 0.2 à 1.4 % de Cu°). Cette présence de cuivre dans la matrice vitreuse, renforce l'hypothèse déjà émise d'un enfoncement des colloïdes suite à un ramollissement trop important du verre, la transition vitreuse de la glaçure de re-création se situant autour de 694°C d'après les mesures réalisées en ATD-ATG (chap I). Le décor ne serait donc pas à proprement parler « raté », mais simplement trop profondément enfoui pour être observable.

1.6.VI. Indicateurs de formation du décor

Le décor en cours de formation est nettement visible à différents stades sur certains carreaux dont le décor est réalisé à base de Cu°. Le décor est composé de **petites zones** circulaires (fig 109a) qui vont peu à peu s'agrandir puis se **chevaucher** (fig 109b) jusqu'à l'obtention d'un décor perçu comme **uni** (fig 109c). Cette formation en petites zones, explique les différences de teinte du décor que l'on observe parfois en réflexion diffuse, mais surtout en spéculaire (fig 109b,c), la croissance des colloïdes ne s'étant pas effectuée partout de la même manière, ni au même moment.

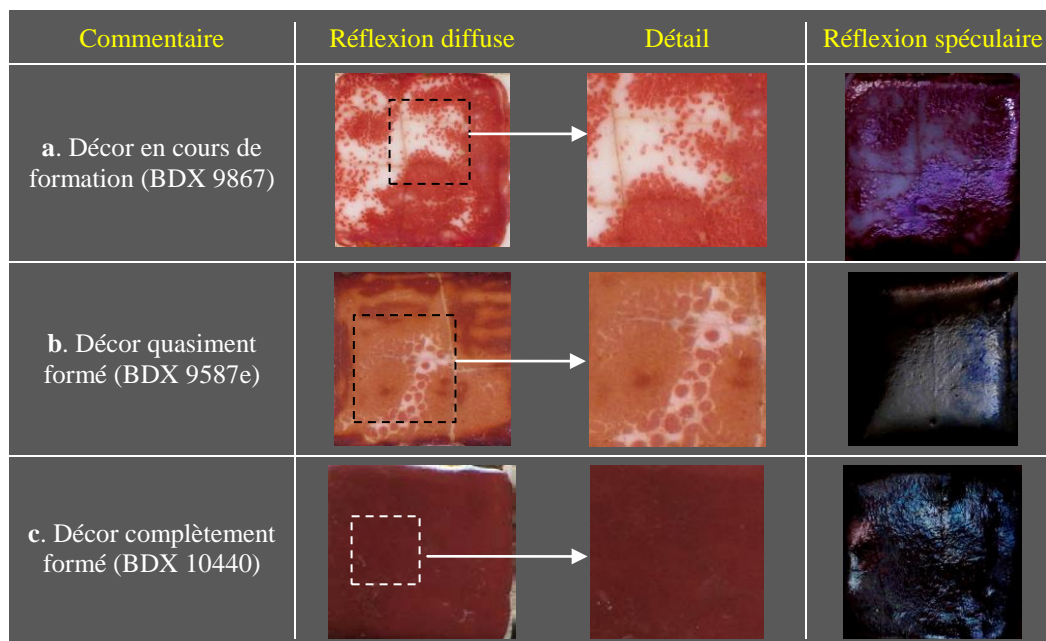


Figure n 109 : Carreaux de re-création (2 x 2 x 1 cm) dont le décor à base de sels de cuivre est à différents stades de formation. **a.** Le décor en cours de formation se compose de petites zones circulaires. **b.** Ces zones s'étendent peu à peu avec la formation et la coalescence des colloïdes de cuivre. **c.** L'unité du décor est donnée par le chevauchement des zones de décor, au point qu'il est impossible de les distinguer en réflexion diffuse.

1.6.VII. Informations apportées par les dépôts de mélange lustrant subsistants

La **teinte des dépôts après cuisson** est généralement dans le cas des décors au cuivre (ou à majorité de cuivre), un bon indicateur de réussite ou non :

- *Dépôts orangés à rouge clair subsistants* : **absence de décor** en réflexion diffuse, ou décor **peu saturé**, ne présentant généralement pas de reflets métalliques en réflexion spéculaire (fig 110).

- *Dépôts rouge sombre ou bruns subsistants* : les **décors** présentent au-moins une **réflexion diffuse**, mais pas obligatoirement de spéculaire (fig 110).

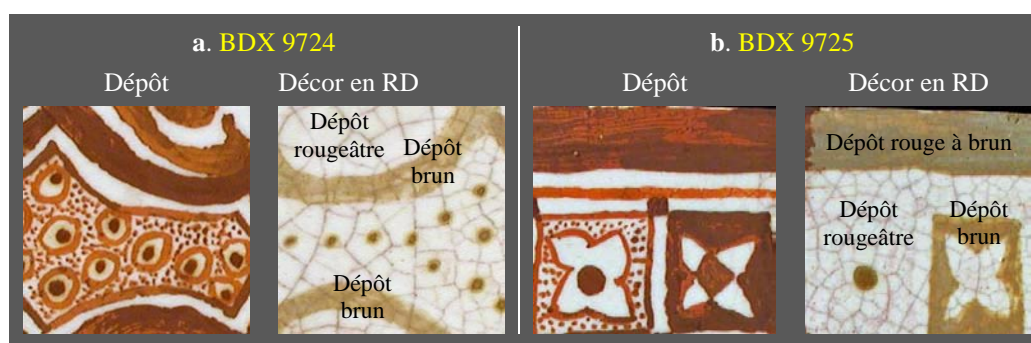


Figure n 110 : Détails de carreaux de re-création (21 x 21 x 1 cm), dont les mélanges lustrants après cuisson, servent d'indicateurs sur la présence ou non de décor sous-jacent. Ces carreaux dont les décors sont composés de cuivre ou d'une majorité de cuivre ont été chauffés à 700°C (**a.** BDX 9724 et **b.** 9725). Lorsque le dépôt est orangé ou rougeâtre, on ne constate pas ou peu de décor sous-jacent en réflexion diffuse, contrairement au dépôt plus sombre (rouge foncé ou brun) qui lui, présente un décor, mais pas de reflet en spéculaire. (ph : Ollagnier, 2006).

1.6.VIII. Problème de reproductibilité des décors au cuivre

Après de multiples cuissons et essais, nous en sommes venus à la conclusion que la **reproductibilité** d'un décor de lustre métallique à base de cuivre, est **aléatoire** sans une maîtrise de tous les paramètres de la **cuisson**, du four et de l'environnement (humidité, température, vent). La maîtrise d'un four à bois n'est pas aisée, nous nous sommes renseignés sur les fours électriques et à gaz actuels. Ceux-ci souffrent des mêmes limitations, mais dans une moindre mesure, comme le signalent les céramistes contemporains pour les glaçures contenant du cuivre :

Les glaçures au cuivre sont très sensibles au feu, et très difficiles à reproduire exactement d'une cuisson à l'autre. Une réduction modérée semble la meilleure pour la couleur. [...] Il faut cependant un long travail pour déterminer l'importance de la réduction qui favorise le plus la couleur et sa durée optimale dans le cycle de cuisson. Cette difficulté est un problème irritant pour le potier et il demande un travail sans commune mesure avec les résultats (Rhodes, 2006).

Dans l'**industrie** céramique les atmosphères réductrices sont **évitées** au maximum, à cause des problèmes de **reproductibilité** et des **gaz** réducteurs qui **corrodent** les fours. En effet, les résistances et thermocouples non protégés par un moufle ou une gaine adaptés, sont attaqués par les gaz réducteurs et se cassent à court terme. (Rhodes, 2006). Cet inconvénient est pallié par l'utilisation de réducteurs directement dans les décors (réducteurs internes), ou par l'emploi de mélanges colorants qui produisent visuellement le résultat souhaité sans avoir recours à une réduction, comme les **organométalliques** (Rhodes, 2006).

En résumé,

La production d'un décor de lustre métallique exclusivement composé de cuivre, est difficile et non reproductible de manière satisfaisante. Pour réduire, l'oxyde de cuivre nécessite une température minimum de 600°C qui doit être maintenue durant une durée relativement courte, Cu° ayant tendance à se ré-oxyder facilement.

En réflexion diffuse les décors produits vont de l'orange à l'orange-rougeâtre.

Lorsqu'ils existent, les reflets métalliques sont principalement bleus, pourpres, bleu-pourpre et orangés, bien que toutes les couleurs visibles puissent être produites, la teinte dépendant de la dimension des particules (elle-même liée à la température de cuisson).

2. Mise en évidence d'un échange ionique

Lors de la réalisation de décors de re-crétation, on a pu constater qu'il se produisait un échange ionique entre les alcalins de la glaçure (Na^+ et K^+) et les ions métalliques contenus dans les mélanges lustrants (Ag^+ ou/et Cu^{2+}).

Cette étape primordiale de la formation du décor mentionnée dans la littérature, n'était jusqu'à présent perceptible sur les objets anciens qu'à travers les analyses quantitatives de zones avec ou sans décor, qui montraient des variations de teneurs en alcalins.

La re-crétation permet de compléter cette approche par l'étude des dépôts de mélanges lustrants après cuisson, qui s'avèrent être des témoins parfait de cet échange.

2.1. Mise en évidence du phénomène

a/ *D'après la bibliographie* : La pénétration du cuivre et de l'argent dans la glaçure ne peut se faire que s'il y a « échange d'ions » entre le **mélange lustrant** (qui perd en Ag^+ et Cu^{2+}) et la **glaçure** (qui perd en alcalins Na^+ et K^+). Autrement dit, il y a **échange ionique** (Shelby and Vitko, 1982 ; Annequin, 1992 ; Bobin *et al*, 2003). Signalons que la bibliographie donne des **informations contradictoires** concernant ces échanges d'ions dont certains seraient privilégiés : K^+ avec Ag^+ (Auger and Najafi, 1994), Cu^{2+} avec Na^+ (Marquez *et al*, 1995), etc. Nos travaux n'ont pas permis de privilégier l'une ou l'autre de ces hypothèses, les deux métaux se retrouvant dans la glaçure. Nous considérons par conséquent, qu'il s'agit d'une **interdiffusion** partielle (Bobin, 2001).

b/ *1^{ère} phase* : L'agitation thermique entre **250° et 450°C** brise les **liaisons ioniques** qui lient les alcalins au réseau vitreux (Ahmed et Abd Allah, 1997). Les ions alcalins (surtout Na^+) sont plus mobiles que les ions cuivre et argent à cause de leur **électronégativité*** plus faible (K : 0.82 ; Na : 0.93 et Cu : 1.9 ; Ag : 1.93) (Lide, 1996). Cette électronégativité élevée du métal crée des liaisons fortes entre métal et verre, facilitant la migration de Na^+ et K^+ .

c/ *2^{ème} phase* : Leur « sortie » dégage un **espace électriquement négatif** et par conséquent attractif pour les cations Ag^+ et Cu^{2+} formés. Les rayons atomiques du sodium Na^+ (1.02 Å) et du potassium K^+ (1.51 Å) étant supérieurs à ceux du cuivre Cu^{2+} (0.57 à 0.73 Å selon la configuration) (Lide, 1996), celui-ci pénètre facilement dans ces « bulles négatives ». Plus volumineux, l'argent Ag^+ (1.15 Å) nécessite l'emplacement à proximité de deux Na^+ ou d'un seul K^+ (Lide, 1996).

5.2. Variation de la teneur en alcalins et en métaux avant et après cuisson du décor

L'imagerie électronique en mode électrons rétrodiffusés permet d'observer des **contrastes** de densité électronique en surface entre les zones de **glaçure** et de **décor** (fig 111) des carreaux archéologiques et de re-crétation. Ces contrastes mettent en évidence la présence d'éléments plus lourds dans le décor : argent et/ou cuivre, conséquence de l'**échange ionique** alcalins/métaux ayant eu lieu durant la montée en température.

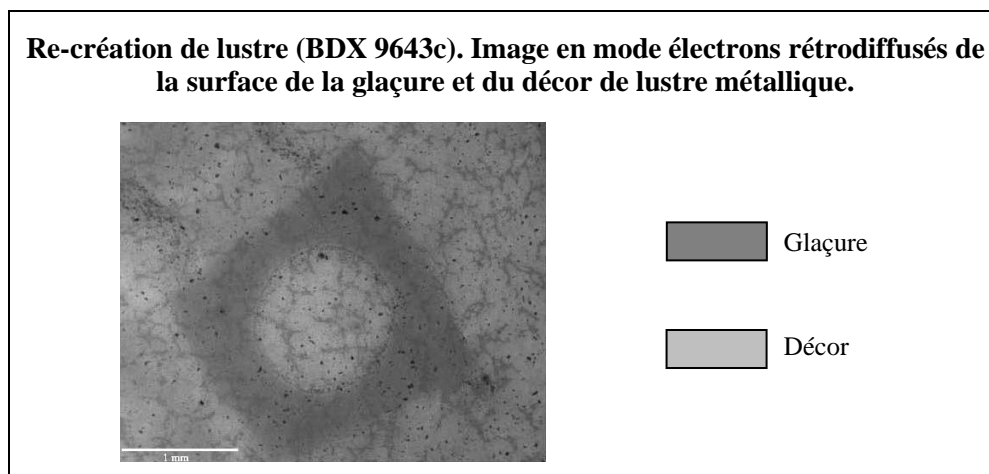


Figure n 111 : On distingue la glaçure en forme de losange (gris sombre), du décor (gris clair) grâce au contraste plus fort à cause de la présence d'éléments lourds : l'argent et le cuivre.

Les analyses élémentaires, effectuées lors des observations en microscopie électronique à balayage depuis la surface (décor et glaçure), montrent une **diminution** des teneurs en **sodium** et en **potassium** de la zone de **décor**, (tableau 38 – fig 112). Cette observation est systématique, **tous** les échantillons de re-création à décor de lustre métallique présentant le **phénomène**.

Il n'a **pas** été observé d'**échange préférentiel** (Na^+/Ag^+ , K^+/Cu^+ , etc.), peu importe la nature du mélange lustrant (métaux et proportions). On constate tout de même que l'**échange** est nettement **plus important** avec Na^+ , sans toutefois arriver à déterminer avec quel métal. Ce phénomène bien connu (Oven *et al*, 2004 ; Spirikova *et al*, 2004) est employé dans l'industrie, notamment pour la réalisation de **guides d'ondes***. Certains de ces guides faits de verre contenant des ions Na^+ , sont recouverts par électrolyse d'une couche d'ions Ag^+ contenus dans une solution.

Aucun autre échange significatif n'a été constaté avec les éléments de la glaçure ou du décor (tableau 38). Les différences observables au niveau de SiO_2 , sont dues à la normalisation du système qui boucle à 100 % en prenant le silicium pour élément « tampon ». Estimant que dans ce cas, ce n'est pas essentiel, les teneurs en cuivre et argent sont (conventionnellement) exprimées en pourcentages d'oxydes, alors que nous savons que ces métaux sont à l'état métallique.

BDX 9643c	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	K ₂ O	CaO	CuO	Ag ₂ O	PbO
Glaçure	5.58 ± 0.24	3.77 ± 0.21	2.01 ± 0.40	69.7 ± 0.65	3.57 ± 0.1	6.96 ± 0.57	nd	nd	8.41 ± 0.34
Décor brun	1.53 ± 0.1	3.24 ± 0.17	1.6 ± 0.33	60.47 ± 0.48	1.58 ± 0.13	5.99 ± 0.42	4.92 ± 0.29	12.99 ± 0.35	7.68 ± 0.56

Tableau n 38 : Objet re-créé à Bordeaux (BDX 9643c). Mise en évidence de la perte d'alcalins de la glaçure, qui favorise la pénétration des cations métalliques. L'analyse est réalisée au niveau d'un décor brun en réflexion diffuse (reflet métallique doré). Analyses obtenus par fluorescence de rayons X en dispersion d'énergie (5 mesures par zone effectuées sur des surfaces de 2.16 x 1.75 mm²).

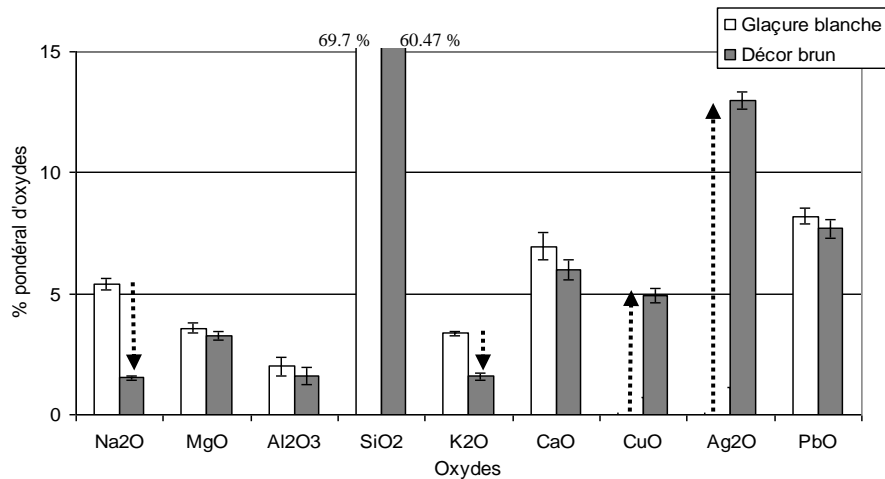


Figure n 112 : Visualisation du phénomène d'interdiffusion alcalins \leftrightarrow métaux entre la glaçure et le décor brun de l'échantillon de re-création BDX 9643c. Les diminutions observées sur les non alcalins ne sont pas à notre avis significatives. Elles correspondent seulement à l'ajustement à 100 % des données analytiques.

2.3. Enseignements d'une analyse physique du dépôt de mélange lustrant : confirmation des phénomènes d'échange ionique et de diffusion

Le **dépôt** résiduel du mélange lustrant après cuisson se présente sous forme d'une ou plusieurs **plaques** indurées, de **couleur foncée** (rouge à brun sombre) qui adhèrent à la glaçure (fig 113a). Des **fragments** sont aisément détachables en soulevant le dépôt après le défournement. Cette opération ne peut être systématiquement réalisée, car la plaque se fractionne souvent en particules pratiquement inexploitable et l'outil peut abimer la glaçure.

Si on observe en microscopie électronique à balayage un carreau défourné comportant encore le dépôt résiduel en place, on distingue facilement le **dépôt** (aspect granuleux, épaisseur, contraste atomique faible) de la **glaçure** environnante (aspect lisse et contraste de densité électronique) (fig 113b,c).

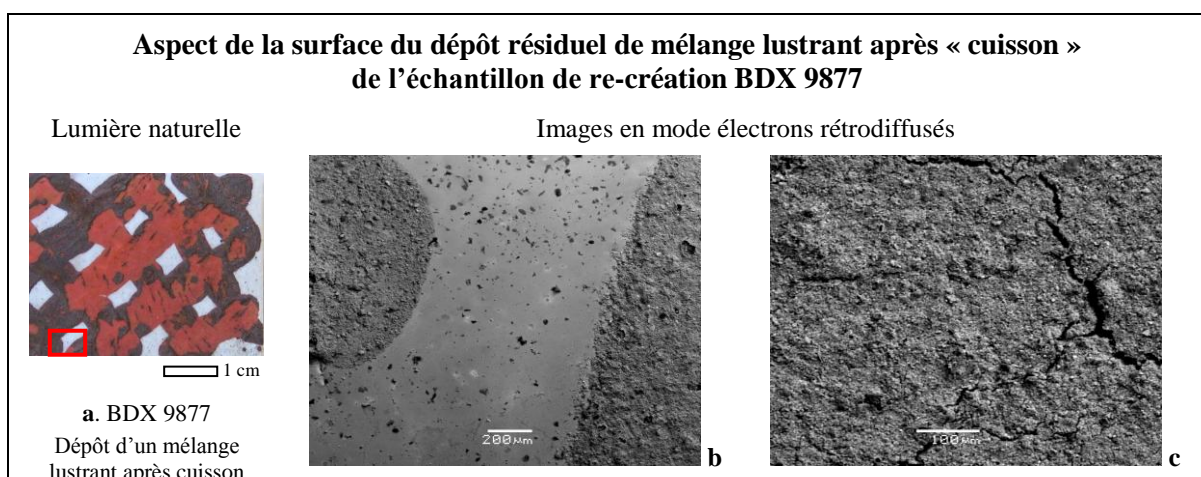


Figure n 113 : a. Le dépôt, d'aspect granuleux (ocre) sera ensuite détaché en petites plaques à l'aide d'une spatule en acier et frotté afin de dévoiler le décor sous jacent.

b. Le contraste atomique, l'épaisseur et l'aspect granuleux distinguent le dépôt de mélange lustrant de la glaçure qui l'environne.

c. Ce dépôt présente de petites tressaillures/fissures témoins de différences de coefficient de contraction/dilatation et de dégazage.

Il a été constaté, en microscopie électronique, qu'il existe **deux types de dépôts** résiduels en stratigraphie : clair au « dessus », sombre en « dessous » :

- le **dépôt « clair »** (fig 114a) de texture irrégulière et **rugueuse** correspond au mélange situé au contact des gaz du « laboratoire » du four. Il comprend des éléments atomiques lourds d'où sa couleur « claire » en imagerie électronique,

- le **dépôt « sombre »** (fig 114b) est **lisse** et régulier. Il correspond à la partie du mélange lustrant apposée sur la glaçure. Sa couleur légèrement plus sombre, indique un contraste de densité électronique moins marqué et donc une différence de composition par rapport au dépôt « clair ». Observé à l'œil nu, ce dépôt est plus sombre que l'autre, ce qui permet de les différencier lorsque des fragments sont détachés.

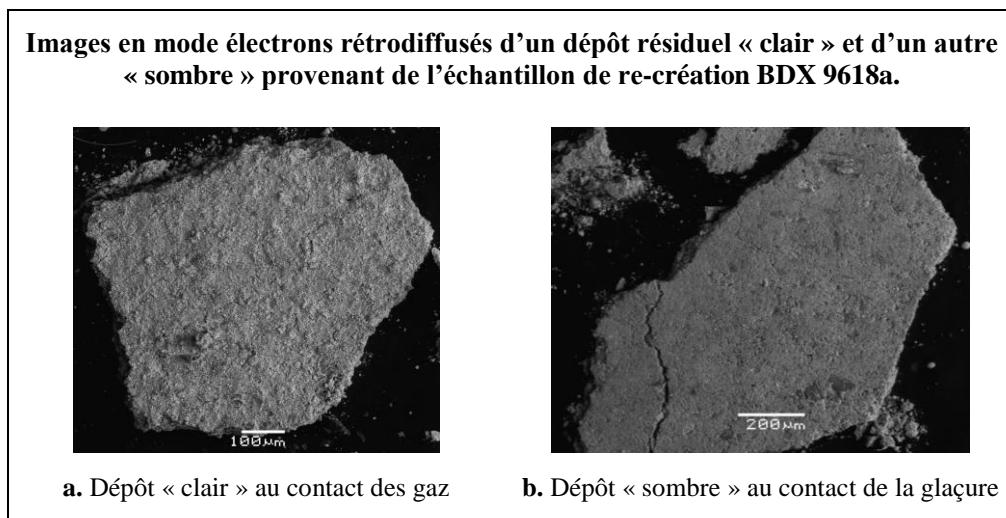


Figure n 114 : Images en mode électrons rétrodiffusés d'un dépôt résiduel « clair » et d'un autre « sombre » provenant de l'échantillon de re-création BDX 9618a.

a. Le dépôt « clair » de texture rugueuse, était en contact avec les gaz.

b. Le dépôt « sombre », lisse et régulier, était en contact avec la glaçure. La teinte est due à la composition différente des deux dépôts.

2.4. Analyses quantitative de dépôts résiduels de mélanges lustrants

Le contraste chromatique entre les couches des dépôts résiduels témoigne de l'**échange ionique** entre métaux du mélange lustrant et alcalins de la glaçure qui s'est produit durant la cuisson du décor. Chaque matériau entrant dans la composition du mélange lustrant (ocre, vinaigre, métaux, etc.) a été analysé avant introduction dans le mélange pour suivre l'évolution des teneurs en alcalins. L'**ocre** d'Apt employée comme liant (chap VI), a pour avantage d'être constituée principalement de kaolinite ce qui explique l'**absence de sodium** (Na_2O : non détecté). On note cependant la présence de traces dont le **potassium** sous forme de composants mineurs (K_2O d'ocre jaune : 0.52 ± 0.08 %).

Les analyses élémentaires effectuées sur près d'une centaine de dépôts (comprenant argent, cuivre, mélange argent + cuivre) montrent les mêmes tendances (tableau 39) :

- net **enrichissement** du mélange lustrant en **sodium**,
- **enrichissement** en **potassium** mais **moins perceptible** que pour le sodium,
- **appauvrissement** du mélange lustrant en **métaux**

La **répartition** de ces éléments est toutefois **différente** en fonction de la **zone** du **dépôt** résiduel analysée. Les parties au contact de la glaçure d'aspect « sombre » se sont **enrichies** en **alcalins** (sodium et potassium) alors que l'ocre n'en contenait pas (sodium) ou peu (potassium) avant la cuisson du décor (tableau 39). Ces alcalins ne peuvent donc **provenir** que de l'échange avec la **glaçure** sous-jacente. Ce résultat est confirmé par l'absence / faibles proportions d'alcalins qui se trouvent dans la partie supérieure du dépôt (dépôt « clair ») (tableau 39, fig 114a), la plus éloignée de la glaçure, les alcalins y ayant faiblement migré à cause de l'épaisseur du mélange.

Les alcalins sortis de la glaçure sont remplacés par des **métaux** (Ag^+ et/ou Cu^{2+}) qui ont migré du mélange lustrant vers la glaçure. Le dépôt « clair », le plus éloigné du décor est encore **riche en métaux** (tableau 39, fig 114a), contrairement au dépôt « sombre » en contact avec la glaçure (fig 114b). On ne perçoit pas non plus d'échange préférentiel Na^+/Ag^+ , K^+/Cu^+ .

Dépôt résiduel du mélange lustrant après cuisson du décor de l'échantillon de re-création BDX 9618a									
Dépôt BDX 9618a	Na_2O	Al_2O_3	SiO_2	P_2O_5	S	K_2O	CaO	Fe_2O_3	Ag_2O
Supérieur (clair)	nd	17.61 ± 0.01	34.78 ± 0.76	0.78 ± 0.12	2.26 ± 0.18	0.9 ± 0.07	2.38 ± 0.12	29.74 ± 0.14	11.56 ± 1.24
Inférieur (sombre)	2.12 ± 0.38	19.52 ± 0.47	40.88 ± 3.13	0.72 ± 0.07	1.23 ± 0.17	1.45 ± 0.22	1.37 ± 0.15	26.79 ± 1.97	4.92 ± 0.57

Tableau n 39 : composition élémentaire des parties supérieures ou inférieures des restes de mélange lustrant de l'échantillon de re-création BDX 9618a. Mesures en fluorescence de rayons X en dispersion d'énergie (8 mesures par échantillon, effectuées sur des surfaces de $2.16 \times 1.75 \text{ mm}^2$). On constate de nettes différences entre les 2 zones de dépôt : enrichissement en alcalins et appauvrissement en métal des couches proches de dépôt proche de la glaçure (inférieur).

2.5. Une interdiffusion alcalins-métaux déséquilibrée

Ce phénomène d'échange ionique entre mélange lustrant et glaçure n'est **pas équilibré**, ce qui confirme des observations antérieures (Bobin, 2001 ; Gonella *et al.*, 1998). Il est considéré comme global à cause de plusieurs facteurs, notamment physiques comme on l'a vu précédemment. On peut aussi ajouter des considérations propres au décor de lustre métallique :

- L'échange évolue en fonction de la teneur en **stabilisants** (aluminium, calcium, magnésium, etc.) de la glaçure qui ont tendance à **freiner** la mobilité des alcalins durant l'élévation de température. Les stabilisants étant introduits pour compenser les effets négatifs des alcalins (fragilisation du réseau, solubilité dans l'eau, etc.), leur présence ralentit les mouvements et les échanges ioniques dans le verre.

- La quantité de **métal** introduite dans le mélange lustrant ne **correspond pas** à la quantité d'alcalins qui sortent de la glaçure, seule une partie du métal y pénètre. Cette pénétration varie selon la **nature** de la glaçure et la manière dont la **cuisson** est conduite, les deux paramètres étant interdépendants. La nature de la glaçure détermine sa capacité théorique de saturation en métal, qui sera atteinte ou non selon le mode de cuisson,

- La conduite de la **cuisson** peut faire varier l'échange alcalins/métaux. La **température** maximale atteinte de la cuisson, influence la vitesse de l'échange, car plus le verre est liquide (selon le T_g de la glaçure) et agité, plus l'échange s'effectue facilement. Le second paramètre est la **durée** du palier effectué à la température de ramollissement de la glaçure. Ce temps doit être suffisamment long pour permettre à une quantité minimale d'ions de s'échanger. Dans le cas contraire aucun ou peu de décor sera perceptible, trop peu de métal

ayant pu pénétrer dans la glaçure pour être ensuite réduit. Enfin, l'atmosphère de cuisson doit d'abord être **oxydante**, les ions métalliques ne devant pas être réduits avant d'avoir pénétré dans la glaçure.

2.6. Représentation schématique de l'échange ionique

L'échange ionique ayant lieu durant la formation d'un décor de lustre métallique peut être représentée comme suit (fig 115) d'après les études effectuées sur les objets archéologiques et les carreaux de re-création réalisés à Bordeaux.

Pour qu'un décor puisse se former, le céramiste doit atteindre, en atmosphère strictement oxydante, la température de ramollissement des premiers micromètres de glaçure, ce qui permet une interdiffusion correcte. En cas de réduction précoce, les colloïdes métalliques se seraient formés avant d'avoir pénétrés correctement dans la glaçure, modifiant ou altérant la qualité du décor obtenu.

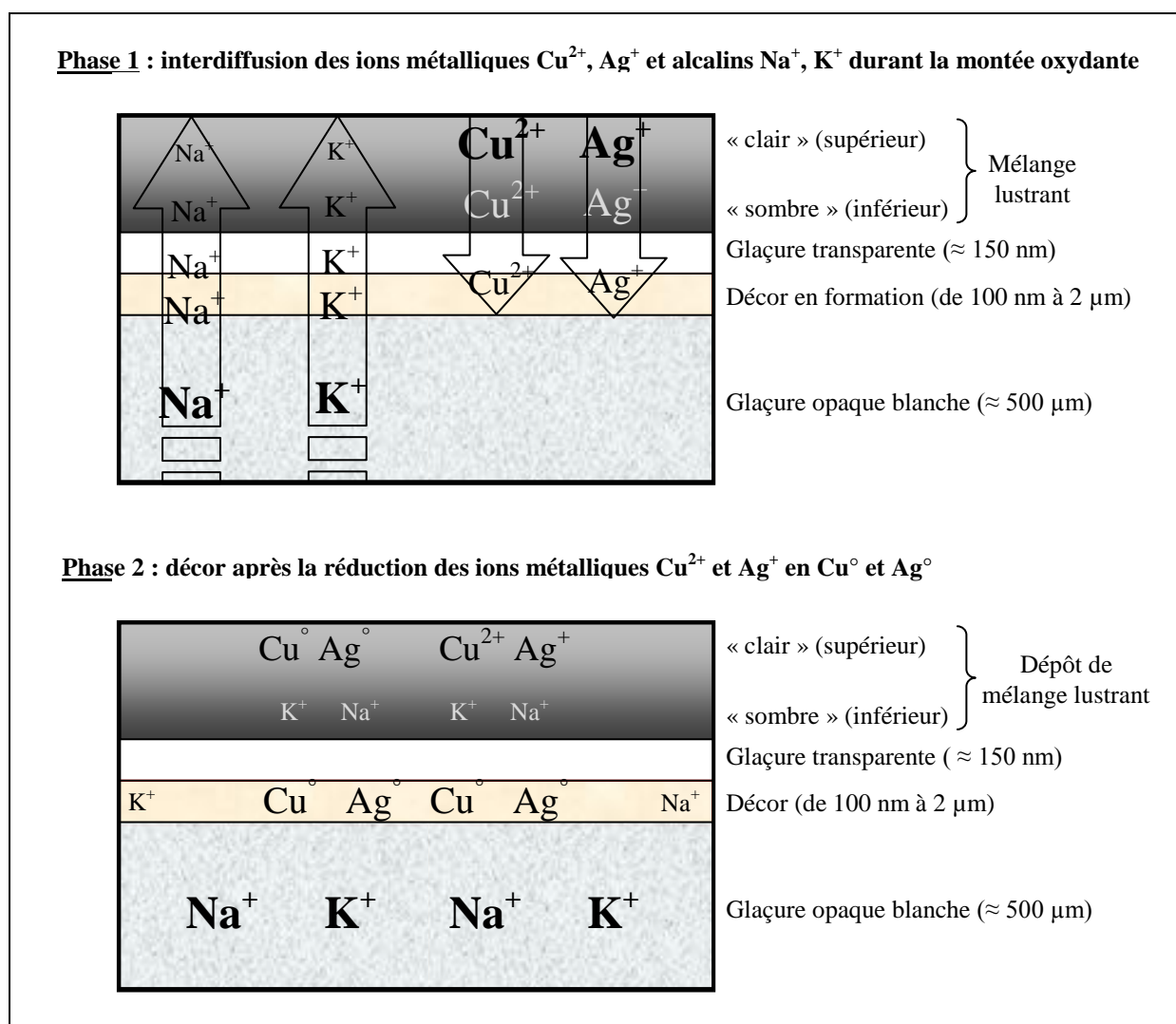


Figure n 115 : Phase 1 : représentation schématique de l'échange ionique durant la cuisson du décor de lustre métallique.

Phase 2 : cette interpénétration a permis aux ions d'entrer correctement dans la glaçure avant leur réduction en Cu^0 et Ag^0 .

En résumé,

Les re-créations confirment qu'un échange ionique a bien lieu entre la glaçure et les mélanges lustrants. Ne constatant pas d'échange préférentiel (Na^+/Ag^+ , K^+/Cu^+ , etc.), l'idée d'un échange global a été conservée. Il est donc impossible de déterminer combien de métal va entrer en fonction de la composition de la glaçure.

La présence d'alcalins dans la glaçure (fondants), même en faible teneur, est obligatoire pour générer un décor de lustre métallique, contrairement à celle du plomb qui ne l'influence pas. Les décors de lustre métallique pourraient ainsi être réalisés sur des glaçures alcalines, ce qui permettrait de s'adapter à la production contemporaine ou le plomb est interdit.

3. Décors de lustre métallique à l'argent : exemple de la production de Takuo Kato « Trésor National Vivant » (1917-2005)

En septembre 2001, le **Dr. Firouz Bagherzadeh** (ancien directeur du Musée National de Téhéran) informe le **Pr. Max Schvoerer**, des re-crétions de céramique glaçurée à décor de lustre métallique entreprises par **Takuo Kato (1917 – 2005)**, céramiste japonais et **Trésor National Vivant** dans son pays. La barrière de la langue et finalement la mort du céramiste au début de l'année 2005, ne permettront des contacts avec ses fils et petit-fils, que quelques mois plus tard, grâce à M^{elle} **Toshie Takahashi**.

En janvier 2006, au nom de notre équipe, elle a pu se rendre à **Tajimi** (Japon) pour visiter le **Kobei-gama**, c'est-à-dire l'**atelier** de la famille **Kato** où elle fut reçue par le fils et le petit fils du céramiste. Les échanges ont porté sur les travaux respectifs, réalisés à Bordeaux et à Tajimi, ainsi que les difficultés rencontrées pour créer un décor de lustre métallique sur céramique glaçurée. Grâce aux excellents contacts établis et dans la mesure où l'atelier n'a pas les moyens de caractériser physiquement son travail, M^{elle} Takahashi a proposé que des échantillons nous soient confiés pour être étudiés au laboratoire. Ceux-ci ont été sélectionnés par les descendants de Kato père en fonction de leurs propres questions.

Seule la partie concernant les décors de lustre métallique de Takuo Kato, réalisés à partir d'argent, sont présentés dans ce travail. Le travail complet en français et en japonais (stylistique, approche du décor de lustre métallique, caractérisations des supports céramiques, de la glaçure et des décors) est en cours de publication.

Note : La production de Takuo Kato et de son fils (7^{ème} et actuel Kato Kobei) seront évoquées. Pour les distinguer, elles seront notées : Kato père ; Kato fils.

3.1. Takuo Kato (1917-2005) et le décor de lustre métallique Persan

a/ *Découverte du décor de lustre métallique Persan* : Dans les années **1960-1970**, le céramiste japonais Takuo Kato, originaire de Tajimi* (Préfecture de Gifu) s'intéresse au décor de lustre métallique (Koh, 2006). Il aura l'occasion de se rendre au moins trois fois en **Iran** et participera à des fouilles archéologiques (Kato 2002, Taniichi, 2006), durant lesquelles des fragments de céramique glaçurée à décor de lustre métallique lui seront confiés.

A partir de **1973**, il réussit à re-crétier une **première série** de céramiques glaçurées à décor de lustre métallique « de style persan » (Kato, 1982).

Peu satisfait du résultat, il continue sa recherche et revient en Iran en 1976, où il rencontre le **Dr Firouz Bagherzadeh**, alors Directeur du **Musée National de Téhéran**, qui lui proposa d'exposer son travail. Malheureusement, le projet d'exposition sera annulé, en raison de la révolution islamique (Kato, 1982).

b/ *Les styles de Takuo Kato* : Takuo Kato étudiera longtemps le **lustre métallique persan**, du point de vue de l'archéologie et de l'histoire de l'art (Pope, 1939 ; Ettinghausen , 1968). Il en intégra progressivement le **style**, la **composition** et les **motifs** dans l'**art japonais**. Ces compositions peuvent ainsi être réparties en 3 styles : persan, japonisant et **composite**, une synthèse des deux premiers qui lui est propre (fig 116). Ce style composite correspond à l'esprit de Takuo Kato. Pour lui une technique ne doit pas être conservée à l'identique mais évoluer, d'où l'introduction des motifs et de la composition japonaise.



Figure n 116: a. Sur cette photographie de 1978-79, l'artiste applique un décor (mélange lustrant ?) sur un vase à glaçure opaque blanche à motif floral (Gifu Museum of Modern Ceramic Art, 2006)

b. Plat rectangulaire et courbe à décor de lustre métallique réalisé par T.Kato en 1989, observé en réflexion partiellement spéculaire (forme de l'objet). Le palais réalisé avec un bleu de cobalt, se combine à des végétaux rouges ou ocre jaune à reflets dorés en réflexion spéculaire (Museum of modern ceramic art, Gifu, 2006).

3.4. Présentation des objets examinés à Bordeaux

Trois échantillons ont été examinés.

L'échantillon BDX 10269, de forme polygonale porte au recto un personnage féminin central (fig 117). En réflexion diffuse son vêtement oriental est parsemé d'un semis de points et de « virgules » de couleur difficile à qualifier visuellement, qui s'apparente à un **vert sombre** (fig 117). La tête du personnage est auréolée et le fond est décoré de rameaux végétaux de couleur vert sombre et de points. En réflexion spéculaire, on constate que le décor présente des **reflets métalliques** de couleur **jaune/orangée** pour les traits et **bleu** pour les remplissages. Ce résultat rappelle un carreau exceptionnel de Kairouan (Bobin *et al*, 2003). Des reflets métalliques roses, verts et mauves sont visibles en même temps sur certaines zones (fig 117). Quant au décor rose-rougeâtre, il ne présente pas de reflet métallique.

L'échantillon BDX 10270, de forme circulaire, est orné sur le recto d'un décor en réserve de la glaçure blanche, sur fond de décor qui est là encore d'une couleur difficile à qualifier visuellement, et que l'on dira **verte**, en réflexion diffuse (fig 117). Un **capridé**, sans doute un bouquetin (Bouvier, 2010) est figuré, dont les détails (œil, cornes, pelage, etc.) sont de la même couleur olivâtre. Le bouquetin est entouré de branchages feuillus, nervurés, réalisés aussi en réserve. Les détails les plus fins ont été sgraffités* dans le décor à l'aide d'une pointe sèche. On note aussi la présence de rehauts de décor **bleu clair** au niveau des feuilles et des sabots de l'animal. Comme dans le cas de l'échantillon BDX 10269, les reflets métalliques correspondants au décor olivâtre sont variés, principalement **dorés** et **orangés**, avec de larges zones **roses** et **mauves**, ainsi que de plus petites **violettes**, **bleu clair** et vertes (fig 117).

L'échantillon BDX 10271 est un tesson de vase. Il comporte un décor sur sa face externe, composé de motifs végétaux stylisés (fleurs à multiples pistils, bourgeons, feuilles en forme de crosse) avec des traits sinueux colorés en **brun foncé saturé** en réflexion diffuse avec quelques touches de couleur **bleu clair** sur la glaçure blanche et sur le décor. Les reflets métalliques associés au décor brun sont, par plages, principalement **roses**, **oranges**, **violet** ou **bleus** et accessoirement, sur de petites zones (millimétriques), **vertes** ou **rouges** (figure 117).

Tajimi (Japon), Échantillons de céramique glaçurée à décor de lustre métallique réalisés au par Kato père (BDX 10269 et 10270) et par Kato fils (BDX 10271)

Réflexion diffuse

Réflexion spéculaire

BDX 10269



a. verso



b. traces de pernette



c

1 cm



d



RMC jaune doré ou bleu-vert

BDX 10270



e. verso



f. sceau



g

1 cm



h

RMC vert ou jaune



RMC orange ou rose

BDX 10271

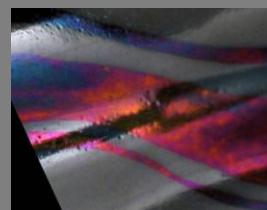


i. face interne



j

1 cm



k

RMC rose, orange ou bleu



RMC bleu-vert ou violet

RMC : reflet métallique coloré

Figure n 117 : Tajimi (Japon), Échantillons de céramique glaçurée à décor de lustre métallique réalisés au par Kato père (BDX 10269 et 10270) et par Kato fils (BDX 10271)	
BDX 10269	<i>(a) Au verso, glaçure opaque blanche qui comporte un crochet et des traces de pernette. Ces traces forment de petits bourrelets là où la glaçure c'est agglomérée durant la cuisson (b), puis décollée lorsque la pernette a été retirée. En réflexion diffuse, au recto (c), personnage féminin en habit oriental comportant des motifs de couleur vert sombre et autour des points de couleur rose-rougeâtre sur fond de glaçure blanche. En réflexion spéculaire (d), seul le décor vert sombre présente des reflets métalliques colorés en jaune (doré) ou orange pour les traits et bleu-vert pour les remplissages.</i>
BDX 10270	<i>Au verso (e et f), le sceau de Takuo Kato, a été peint en vert-marron dans un creux carré estampé réalisé à cette intention Il ne présente pas de reflet métallique coloré. (g) Au recto, décor en réserve de couleur verte en réflexion diffuse, figurant un bouquetin entouré de branchages feuillus nervurés, réalisés eux aussi en réserve, sgraffités avec des rehauts bleus. Les reflets métalliques correspondants au décor vert – olive (h) sont dorés ou orangés (principalement), avec des zones vertes, roses ou mauves.</i>
BDX 10271	<i>Ce fragment de vase comporte une glaçure transparente légèrement teintée de vert sur la face interne (i) et opaque blanche sur la face externe (j). Le décor de la face externe est composé de motifs végétaux sinueux (notamment sur le col) de couleur brun foncé saturé en réflexion diffuse. Les reflets métalliques associés au décor brun foncé saturé (k), sont par plages principalement roses, oranges, violets ou bleus, mais on observe aussi de petites zones où les reflets sont verts, bleu-verts ou rouges.</i>

3.5. Le support du décor

Il s'agit d'un bref résumé des caractérisations effectuées sur le support céramique et la glaçure des trois échantillons.

a/ **Le support céramique** : Kato père et son fils, emploient pour leurs céramiques glaçurées à décor de lustre métallique, une **argile à texture fine** provenant de Mino* (Japon). Celle-ci est enrichie en calcium à l'atelier pour limiter les tressaillures dans la glaçure.

Étant donné que les décors de lustre métallique persans des XIII-XIV^{ème} s ap J.C. ont été posés sur des supports frittés, Kato père s'est **adapté**, utilisant un support dont il avait la connaissance et la maîtrise.

Après cuisson, l'argile employée donne naissance à une terre cuite blanche et compacte, présentant peu de pores et d'inclusions. Il s'agit a priori d'un **support de qualité**, adapté pour recevoir une glaçure plombifère opaque.

b/ **La glaçure** : Les glaçures **opaques blanches** des trois échantillons réalisées par Kato père et Kato fils sont sensiblement **identiques** et probablement issues d'une même recette de mélange glaçant. Il s'agit de glaçures majoritairement **plombifères**, légèrement alcalines et classiquement opacifiées à l'**étain**. Elles contiennent peu de bulles et de cristaux non fondus, ce qui témoigne du soin apporté à la préparation et à la cuisson de ces glaçures.

On observe aussi la présence d'une **interface terre cuite/glaçure** composée de cristaux de néoformation, synonymes de monocuisson, ce qui augmente l'adhérence entre le tessou et la couche de verre et par conséquent la solidité mécanique de l'ensemble.

Ces glaçures sont **différentes** des **productions Persanes** (Kashan) et Mésopotamiennes (Kairouan), bien que leur base - une glaçure plombifère et alcaline opacifiée à l'étain- soit identique.

3.6 Résultats expérimentaux et discussion

En **microscopie optique**, les décors de lustre métallique des échantillons de Kato père (BDX 10269 et 10270), présente des **reflets** métalliques de **différentes couleurs**, bien que chaque décor soit réalisé avec **un seul mélange** lustrant, selon Kato père (Kato, 1982). Ces reflets sont majoritairement **dorés** (fig 118b, d), associés à des zones d'autres couleurs, notamment **bleues**. (fig 118b et d) qui se retrouve en bordure des objets (fig 118d) ou dans des détails des figures (fig 118b). Cette différence pourrait provenir de la méthode d'**application** du **mélange lustrant**, petites et grosses particules se répartissant différemment.

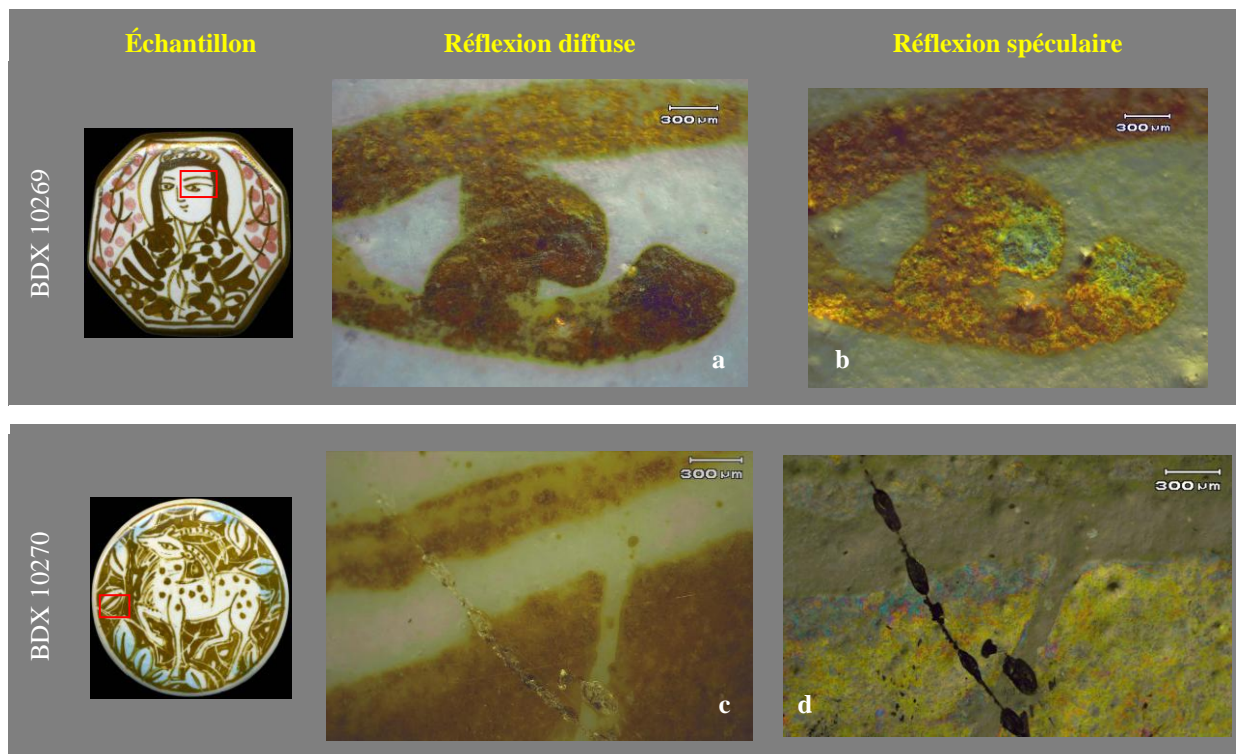


Tableau n 118: Tajimi (Japon), Observations en microscopie optique de la surface des échantillons de céramique glaçurée à décor de lustre métallique de Kato père. BDX 10269 et BDX 10270. L'observation avec une loupe binoculaire apporte à elle seule un certain nombre d'informations. Bien que réalisés avec un seul mélange lustrant, chaque décor vert en réflexion diffuse (a et c) présente un reflet métallique jaune doré associé avec des zones bleu-vertes (b et d).

Le décor en réflexion diffuse pour lequel Kato père parle de « lustre » **rose** (zones peu saturées) ou **rouge** (zones saturées) (fig 119a), ne présente **aucun reflet** métallique coloré en réflexion spéculaire (fig 119b) contrairement au décor vert sombre à reflets dorés qui lui est superposé (fig 119a et b). L'absence de reflet métallique peut être due à une mauvaise réduction et/ou une ré-oxydation du décor ou bien encore, au fait qu'il s'agisse non pas d'un décor de lustre métallique mais d'un décor de type rouge de cuivre. Le terme « lustre » est donc ici un abus de langage.

Enfin, on constate que les **glaçures** opaques blanches, d'apparence lisse et sans défaut à l'œil nu, présentent néanmoins de petits **défauts de surface** visibles au microscope optique, principalement en réflexion spéculaire. Il s'agit de **picots**, défauts micrométriques inhérents à la cuisson de la glaçure, très difficile à éliminer. Ces picots créent un microrelief qui gêne la vision du décor de lustre métallique à l'échelle microscopique.

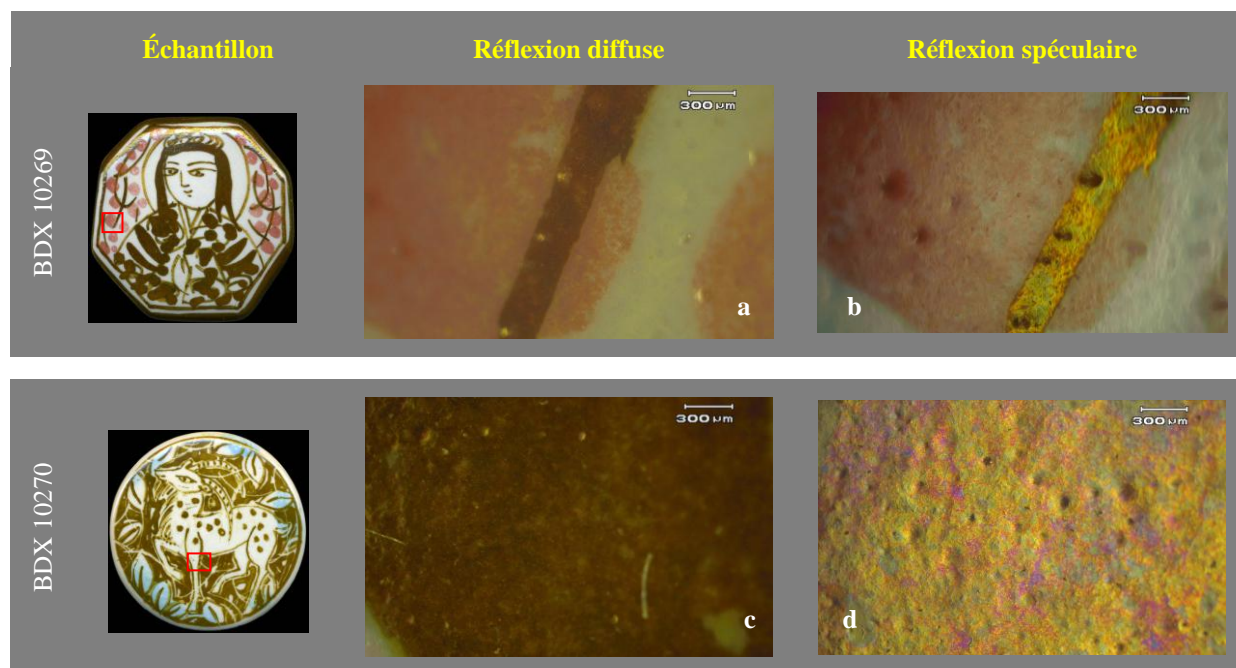


Tableau n 119 : Tajimi (Japon), Observations en microscopie optique de la surface de deux échantillons de céramique glaçurée à décor de lustre métallique de Kato père, BDX 10269 et BDX 10270.

a. Le décor que Kato père qualifie de lustre rose-rougeâtre, ne présente aucun reflet métallique coloré en réflexion spéculaire

b à d. Le décor vert sombre présente des reflets dorés, avec une microporosité de la glaçure qui semble pourtant parfaite à l'œil nu. Elle est due à la présence de picots, défauts de quelques micromètres apparus lors de la cuisson de la glaçure.

3.7. Les décors

Note : les dimensions réduites des zones de mesure n'ont pas permis d'effectuer de mesures de la couleur en spectroradiométrie sur l'échantillon BDX 10270.

3.7.I. Mesure de la couleur des décors de l'échantillon BDX 10269 (Kato père)

a/ Le décor rose-rougeâtre : Le décor de l'échantillon BDX 10269, perçu visuellement en réflexion diffuse comme rose-rougeâtre, se situe dans le domaine chromatique du **rouge pourpré** (λ : c495 nm) (fig 120 - tableau 40) (Kelly et al, 1976). Les faibles valeurs de pureté d'excitation (P_e : 3.79 %) et de réflectance (L^* : 13.21) (peu lumineux), en font une couleur **sombre**.

Ce décor ne possède pas de reflet métallique en réflexion spéculaire, celui-ci n'ayant pas été détecté durant les mesures. On peut ainsi en déduire que nous ne sommes pas en présence d'un décor de lustre métallique, tel qu'il a défini au laboratoire de Bordeaux. Il pourrait s'agir d'un décor prévu pour être un lustre métallique, mais qui au final a donné un rouge de cuivre*.

b/ Le décor de lustre métallique : la couleur du décor perçu visuellement comme **vert sombre** en réflexion diffuse se situe en réalité dans le domaine chromatique du **jaune orange** (582 nm avec a^* : 2,53, b^* : 6,48) (fig 120 - tableau 40).

Le reflet métallique **bleu-vert** associé en réflexion spéculaire se situe dans le domaine chromatique du **vert-bleuté** (506 nm avec a^* : -16,95, b^* : 3,74). La réflectance élevée du décor en réflexion spéculaire (L^* diffuse : 17.62 ; L^* spéculaire : 107,8) et le changement de teinte sont

caractéristiques d'un décor de lustre métallique en réflexion spéculaire (fig 121) (Bobin *et al*, 2003 ; Bobin, 2001, Chabanne, 2005).


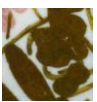





3.7.II. Mesure de la couleur des décors de l'échantillon BDX 10271 (Kato fils)

a/ *Le décor bleu* : Les zones de décor **bleu** étant très réduites, il n'a pas été possible d'effectuer de mesures en spectroradiométrie du décor en réflexion diffuse.

Ce décor ne possède pas de reflet métallique en réflexion spéculaire, celui-ci n'ayant pas été détecté durant les mesures. On peut ainsi en déduire que nous ne sommes pas en présence d'un décor de lustre métallique.

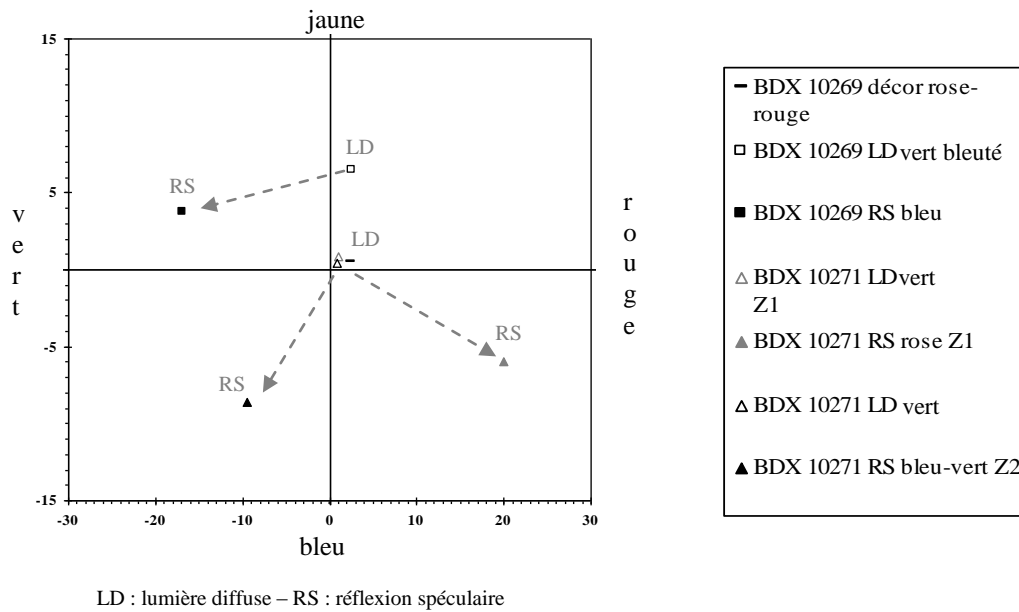
b/ *Le décor de lustre métallique* : le décor visuellement **vert** en réflexion diffuse a été mesuré en plusieurs points, tous situés dans le quart **jaune-rouge** du système CIE $L^*a^*b^*$ (Z1 : a^* : 14,13 et b^* : 1,02 ; Z2 : a^* : 12,07 et b^* : 0,91) (fig 120 - tableau 40) et correspondant au domaine chromatique allant de l'**orange** à l'**orange-rougeâtre** (591 à 604 nm). La faible pureté d'excitation (Pe : 2.35 à 4.05 %) et la réflectance peu élevée (L^* : 12.07 à 14.13) indiquent qu'il s'agit d'une couleur sombre et peu lumineuse.

Cet échantillon présente plusieurs reflets métalliques de teintes différentes. Le reflet métallique perçu visuellement comme **rose** se situe dans le domaine chromatique du **rouge-pourpré** (λ : c510 nm). Le reflet métallique **bleu-vert** se situe dans le quart bleu-vert du système CIE $L^*a^*b^*$ (a^* : -9.42, b^* : 8.62), correspondant au domaine chromatique du **bleu-vert** (487 nm). La réflectance des décors en réflexion spéculaire (L^* : 97,15 et 81,54) est supérieure à celle des décors en réflexion diffuse (L^* : 14,13 et 12,07), ce qui est caractéristique des décors de lustre métallique (figure 121).

		BDX 10269			BDX 10271			
Visuellement		Rose-rougeâtre	Vert sombre	Reflet bleu vert	Brun (zone 1)	Reflet rose (zone 1)	Brun (zone 2)	Reflet bleu-vert (zone 2)
RD/RS		RD	RD	RS	RD	RS	RD	RS
								
Mesure chromatique		Rouge-pourpré	Jaune-orange	Vert-bleuté	Orange	Rouge-pourpré	Orange-rougeâtre	Bleu-vert
Longueur d'onde (nm)	λ_d	c495	582	506	591	c510	604	487
Pe	%	3.79	23.05	4.75	4.05	11.54	2.35	13.7
Coordonnées Yxy	Y	1.60	2.44	121.5	17.53	92.81	14.17	42.97
	x	0.33	0.36	0.30	0.32	0.33	0.32	0.28
	y	0.33	0.36	0.35	0.33	0.31	0.33	0.32
Coordonnées $L^*a^*b^*$	L^*	13.21	17.62	107.8	14.13	97.15	12.07	81.54
	a^*	2.40	2.53	-16.95	1.02	20.00	0.91	-9.42
	b^*	0.49	6.48	3.74	0.89	-5.94	0.42	-8.62

RD : réflexion diffuse – RS : réflexion spéculaire. c : longueur d'onde complémentaire

Tableau n 40 : Tajimi (Japon), Paramètres chromatiques des décors des échantillons BDX 10269 et BDX 10271 mesurés par spectroradiométrie. Les longueurs d'ondes principales des décors « rose-rougeâtre » et du reflet « rose », se trouvant dans le domaine du pourpre qui ne peut être physiquement exprimé (pas d'existence physique), on utilise les longueurs d'ondes secondaires (notées c). Elles permettent d'exprimer les couleurs à partir des diagrammes CIE, qui nous indiquent objectivement que ces décors ont une teinte rouge-pourpré.



*Figure n 120 : Tajimi (Japon), Autre représentation (diagramme chromatique CIE $L^*a^*b^*$) des décors des échantillons BDX 10269 et BDX 10271. On constate un changement systématique de quart, et donc de couleur, entre réflexion diffuse et spéculaire.*

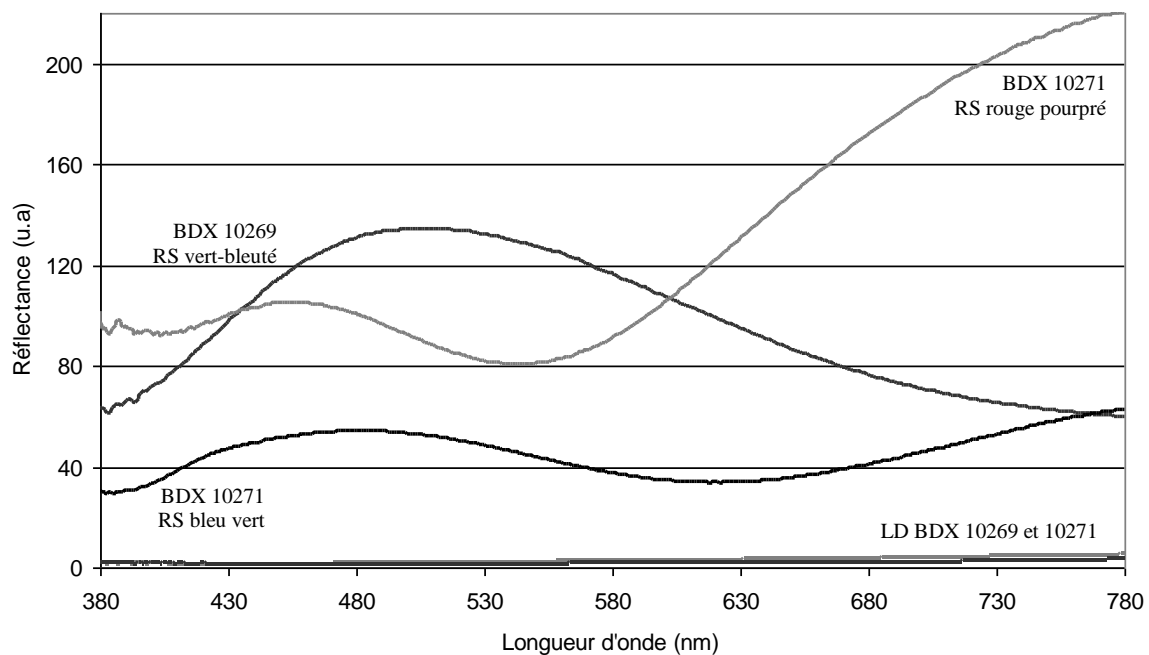


Figure n 121 : Tajimi (Japon), Spectres de spectroradiométrie des décors de lustre métallique des échantillons BDX 10269 et 10271. On constate que la réflectance des décors en réflexion spéculaire est très nettement supérieure à celle des décors en réflexion diffuse, caractéristique des décors de lustre métallique.

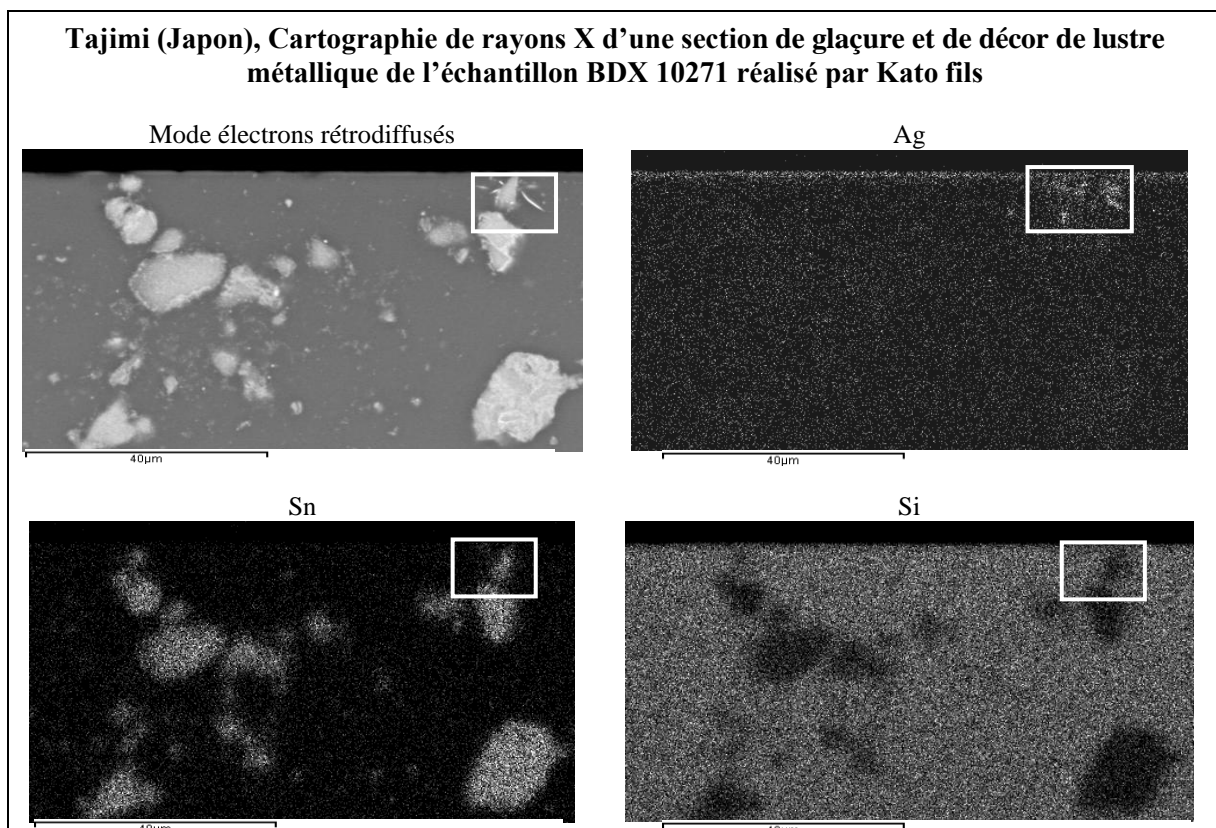
3.7.VI. Organisation des constituants du décor de lustre métallique

a/ Expérimentation : On a observé et analysé, lorsque c'était possible, le décor de lustre métallique en surface ainsi que ses constituants en section. Les observations en **section** ont été réalisées en microscopie électronique à balayage à basse pression (JEOL JSM 6460 LV) du CRP2A, ainsi qu'en microscopie électronique à haute résolution (JEOL JSM 6700 F du

CREMEM - Université de Bordeaux 1) pour la section de l'échantillon BDX 10271. La microscopie électronique à balayage ne permettant pas d'obtenir la même résolution que celle d'un microscope électronique en transmission, on ne pourra pas définir avec précision la dimension de chaque particule métallique détectée.

b/ *Observations depuis la surface (MEB basse pression)* : Les observations de surface réalisées classiquement en mode électrons rétrodiffusés, montrent pour les trois échantillons un **contraste** de densité électronique très **net** entre les zones de **glaçure** et de **décor de lustre métallique**. Le décor rose-rougeâtre de l'échantillon BDX 10269 présente un contraste fort. Quant au décor bleu des échantillons BDX 10270 et 10271, il est difficilement observable, les atomes qui le compose ayant une densité électronique proche de celle de la glaçure (donc contraste très faible).

c/ *Observations en section (MEB basse pression)* : L'observation de la texture (section) de l'échantillon BDX 10271 en microscopie à balayage à basse pression en mode cartographie de rayons X, permet d'observer un liseré d'argent, proche de la surface (fig 122). On remarque pourtant dans la partie supérieure de la glaçure, la présence « d'aiguilles » qui ont été identifiées par cartographie et fluorescence de rayons X comme étant des **cristaux d'argent** (fig 122). Ces aiguilles ou baguettes d'argent ne participent pas, a priori, au décor de lustre métallique car elles se trouvent à quelques micromètres sous la surface de la glaçure et de la couche de décor de décor de lustre métallique. Néanmoins, il s'agit d'un indicateur technique, témoignant de la manière dont a été introduit le métal puis de la cuisson de l'objet.



Re : Image en mode électrons rétrodiffusés

Figure n 122 : La matrice vitreuse silicatée (Si) comporte de nombreux amas de cassitérite (oxyde d'étain, SnO_2) qui l'opacifie. Proche de la surface on observe un fin liseré d'argent (Ag) ainsi que de petits amas correspondant aux cristaux d'argent observés en électrons rétrodiffusés. Ils ne comportent que de l'argent, aucun autre élément n'ayant été détecté.

d/ *Une couche de glaçure transparente incolore au-dessus du décor* : Étant donné l'absence de cassitérite (SnO_2) au niveau du décor (fig 123 et 124), on peut considérer que la couche de décor de lustre métallique est composée de particules métalliques prises dans une **matrice vitreuse transparente incolore**. Cette même matrice vitreuse transparente incolore couvre la couche de décor (fig 123 et 124), ce qui permet à la lumière d'atteindre les nanoparticules.

e/ *Sous le décor, une couche opaque* : les cristaux de **cassitérite** (SnO_2), opacifiant de la glaçure se trouvent en limite ou **sous** la zone de diffusion du **décor**. Ils se répartissent en amas de dimensions et formes variables (fig 123) allant de 250 nm à plusieurs micromètres de diamètre. On retrouve au niveau de ces cristaux d'oxyde d'étain, les **cristaux d'argent** observés précédemment et reconnaissables à leur forme en bâtonnets, longs de 500 nanomètres à 1.5 μm .

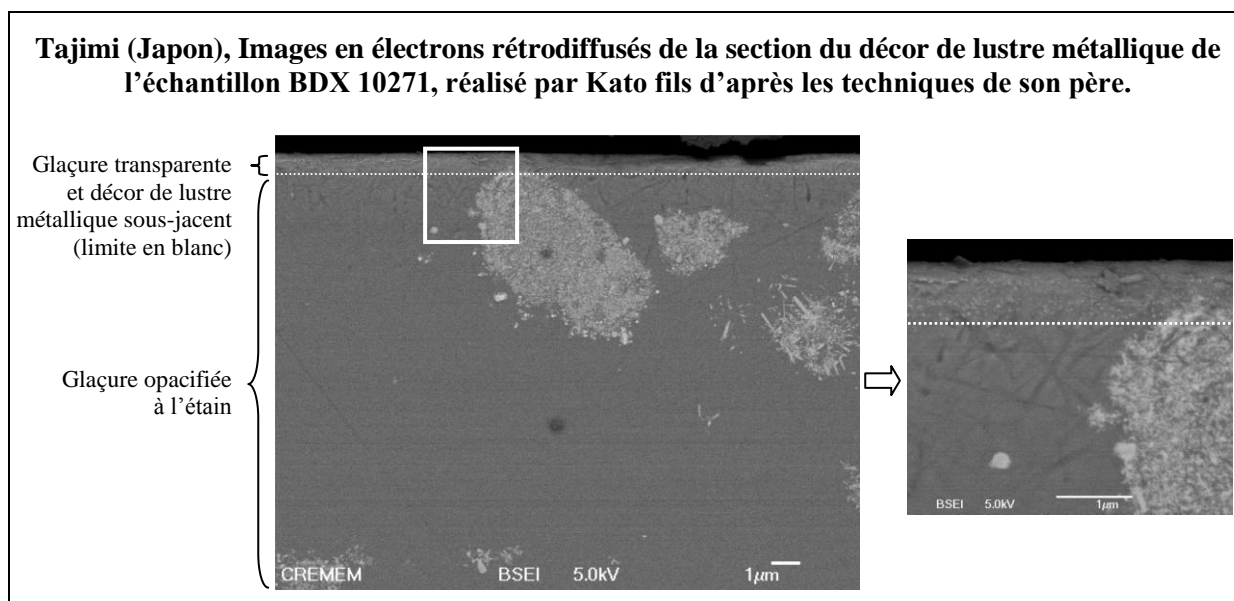


Figure n 123 : a. Sous le décor qui occupe moins du premier micromètre de la surface de la glaçure, se trouvent des amas de cassitérite qui vont de 250 nanomètres à plusieurs micromètres de diamètre.

b. Détail de l'image précédente. L'amas de cassitérite le plus proche de la surface, est tangent à la partie inférieure du décor. On peut donc considérer que la couche de décor de lustre métallique est composée de particules métalliques prises dans une matrice vitreuse transparente incolore.

f/ *Observations du décor en section (MEB haute résolution)* : l'observation de la section, a permis d'observer la texture de son décor de lustre métallique, dans une zone présentant un **reflet bleu-vert**. Ce décor se situe en moyenne à 180 nanomètres de profondeur sous la surface de la glaçure (fig 124). Il se compose d'une couche dense de **nanoparticules** formant un **liseré**, puis d'une zone de **diffusion** de particules se répartissant sur presque un micromètre d'épaisseur (soit 1000 nm). Ces particules de forme **quasi-sphériques** ont de 10 à 50 nanomètres de diamètre et en moyenne 20 nanomètres.

La forme des **colloïdes métalliques** de cet échantillon, leurs dimensions et leur répartition dans la glaçure, ne sont pas sans rappeler les caractéristiques des productions de lustre métallique de Mésopotamie aux IX-X^{ème} s ap J.C. En effet, ceux-ci se trouvent sous une couche de **glaçure transparente** d'environ **150 nanomètres** et ont un diamètre variant de **5 à 20 nanomètres** (Bobin, 2001 ; Chabanne, 2005). Ils forment un liseré de décor **dense**, puis une zone de **diffusion** s'étirant sur plusieurs centaines de nanomètres.

On note tout de même des différences car dans la production Mésopotamienne on observe la présence de **colloïdes de cuivre et d'argent métalliques**, contrairement à la production japonaise comportant seulement des **colloïdes d'argent**.

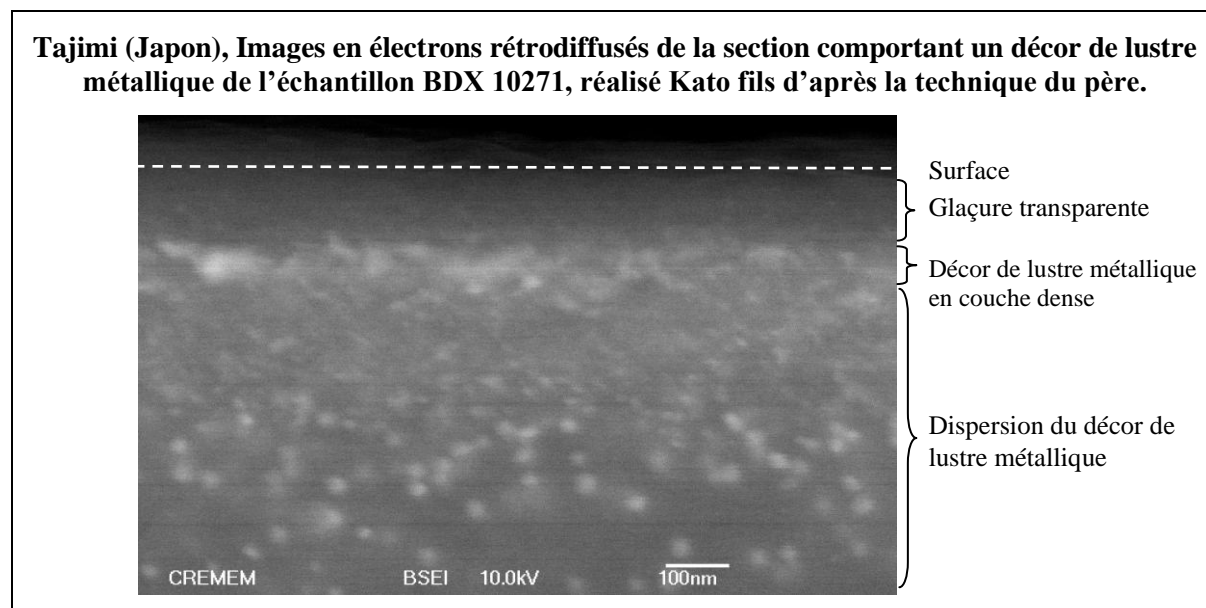


Figure n 124 : Les constituants du décor se situent en moyenne à 180 nanomètres de profondeur sous la surface de la glaçure. L'ensemble se compose d'une couche dense de nanoparticules puis d'un continuum se répartissant sur presque un micromètre d'épaisseur selon les zones (Bobin et al, 2003).

3.7.V. Composition élémentaire des décors de l'échantillon BDX 10269 (Kato père)

a/ *Le décor rose-rougeâtre sans reflet métallique* : Il s'agit d'un décor composé uniquement de **cuivre** (CuO : 1.5 ± 0.25 %). Étant donné qu'il ne présente aucun reflet métallique en réflexion spéculaire, on peut penser qu'il s'agit d'un décor de lustre métallique raté ou bien d'un rouge de cuivre.

b/ *Le décor présentant des reflets métalliques colorés* : le décor de lustre métallique de cet échantillon de Kato père ne contient que de l'**argent**, quelle que soit la couleur du reflet métallique (doré, orangé, bleu-vert, mauve). Le chromogène est présent sous forme Ag° comme le prouve la spectrométrie d'absorption optique, avec une bande caractéristique à 420 nm (Ahmed et al, 1995).

Ce décor se compose d'en moyenne 5.24 ± 0.35 % d' Ag_2O (soit Ag atomique : 1.30 %), sauf pour la zone de décor à reflet mauve, celui-ci atteignant 8.95 ± 0.38 % d' Ag_2O (soit Ag atomique : 1.60 %). Cette différence de teneur est probablement liée à une légère pente (chanfrein) de la glaçure, due à la forme de la pièce. Tout laisse à penser que le mélange lustrant qui a la consistance d'une peinture plus ou moins liquide, c'est peut être déplacé ou accumulé après l'application à cause de la pente, concentrant ainsi l'argent dans cette zone de l'objet.

3.7.VI. Composition élémentaire des décors de l'échantillon BDX 10270 (Kato père)

a/ *Le décor bleu sans reflet métallique* : L'absence d'argent et de cuivre caractérise le décor bleu. La présence de cobalt n'est pas confirmée par l'analyse élémentaire en fluorescence de rayons X, la quantité nécessaire pour teinter une glaçure étant tellement

faible, elle se situe sous le seuil de détection de l'appareillage (soit environ 0.2 % de CoO). Étant donné l'absence de cuivre dans ce décor, on peut en déduire que le chromogène employé est probablement le **cobalt**, en très faible teneur.

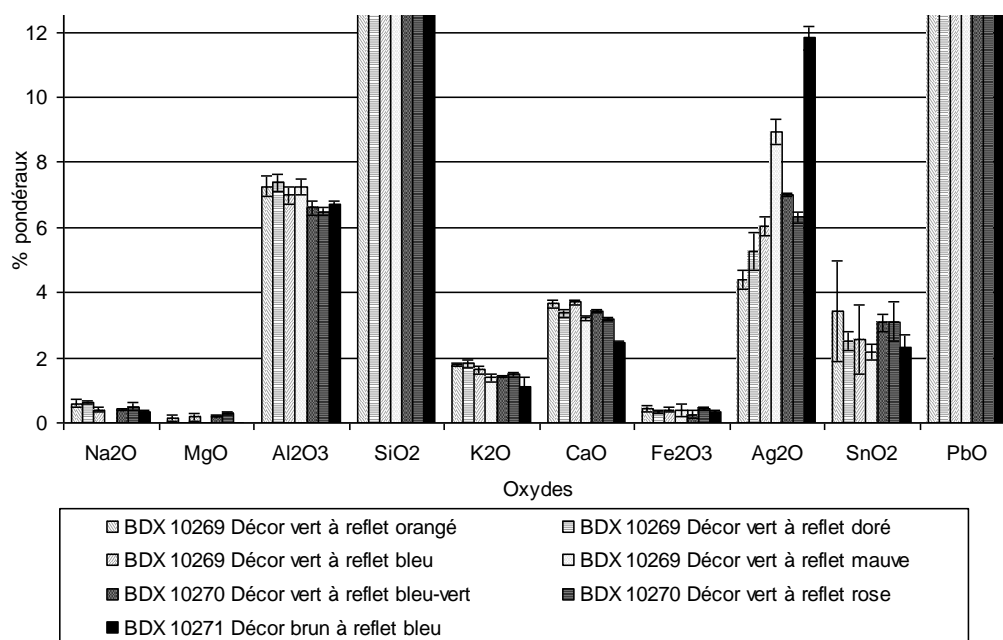
b/ *Le décor présentant des reflets métalliques colorés* : le lustre métallique se compose uniquement d'**argent**, à hauteur de 5.83 ± 0.34 % d' Ag_2O (soit Ag atomique : 1.43 %) (fig 125). Comme pour l'échantillon BDX 10269, le cuivre n'a pas été détecté dans ce décor, composé d' Ag^0 (bande d'absorption optique caractéristique à 419 nm) (Ahmed et al, 1995).

3.7.VII. Composition élémentaire des décors de l'échantillon BDX 10271 (Kato fils)

Le décor présentant des reflets métalliques colorés : il se caractérise par la présence d'**argent** en **forte teneur** (Ag_2O : 11.82 ± 0.38 %) (soit Ag atomique : 2.41 %) et l'**absence** de **cuivre** comme pour les deux objets fabriqués par Kato père (fig 125). L'argent se trouve sous forme d' Ag^0 , avec une bande d'absorption optique caractéristique à 420 nm (Ahmed et al, 1995).

La **forte teneur** en argent **sature la teinte** en réflexion diffuse, lui donnant sa couleur **brune**. Le vase sur lequel le mélange lustrant a été posé à une forme qui ondule, ce qui a peut être entraîné, comme dans le cas du reflet bleu de l'échantillon BDX 10269, une accumulation de métal par endroits (fig 125).

Tajimi (Japon), Analyses élémentaires des décors de lustre métallique des échantillons BDX 10269, 10270 et 10271



Non détectés : Cu_2O

Figure n 125 : Les décors de lustre métallique, toutes teintes confondues sont composés de 4 à 7 % d' Ag_2O . Deux reflets sont séparés du lot par une teneur nettement supérieure : le reflet mauve de l'échantillon 10269 (8-9 %) et le reflet bleu de l'échantillon BDX 10271 (11-12 %).

7.4.VII. L'effet de « bord »

Les trois échantillons ont des **teintes de reflets différentes** selon qu'ils servent de **contour** ou de **remplissage** (fig 126). L'observation laisse penser que la couleur des reflets

métalliques des échantillons considérés, est relative au mode d'**application** du **mélange lustrant**, qui module localement la saturation du mélange lustrant en réflexion diffuse (application de matière plus ou moins importante), ainsi que la **distribution des nanoparticules**.

Lorsqu'elles sont petites on obtient des reflets bleus, quand elles grossissent d'autres teintes, dont le jaune doré. Le procédé d'application de l'artiste serait ainsi l'un des **facteurs déterminants** de la **couleur** des **reflets**.

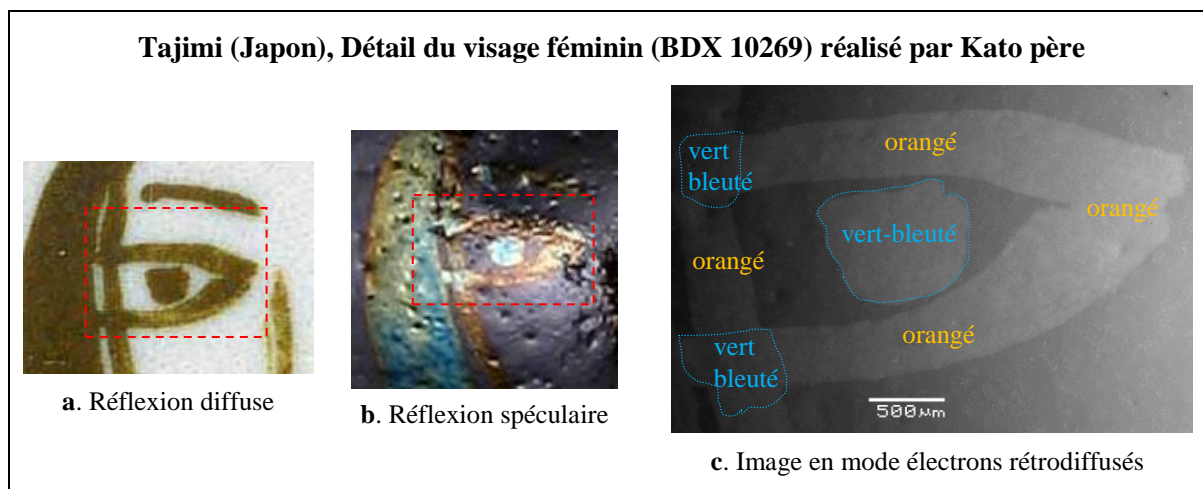


Figure n 126: a. En réflexion diffuse le décor est de couleur vert sombre. On perçoit des différences de saturation dues au mode d'application du mélange lustrant.

b. En réflexion spéculaire, on observe de nettes différences le centre des yeux et la chevelure qui sont vert-bleu, à la différence de contours, plus orangés.

c. L'œil droit observé en en mode électrons rétrodiffusés, présente un décor clair qui se détache sur le fond plus sombre de la glaçure. Aucune relation couleur des reflets/teneurs en argent n'a été observée.

En résumé,

On peut distinguer trois décors différents : Un décor bleu à base de cobalt, qui reprend la tradition des décors bleus et turquoise observés sur les productions Persanes anciennes. Un décor rose-rougeâtre ne comportant pas de reflet métallique, il s'agit soit d'un lustre raté, soit d'un rouge de cuivre. Un décor vert ou brun en réflexion diffuse, ayant des reflets de couleurs différentes, dont on peut penser que la teinte varie avec la méthode d'application du mélange lustrant.

Le décor de lustre métallique produit par l'atelier de Tajimi (Kato père et fils) se compose uniquement d'argent Ag° , contrairement aux lustres anciens qui contenaient Ag° et Cu° en teneurs variables. Il se présente sous forme de colloïdes d'argent quasi-sphériques d'environ 20 nanomètres de diamètre, qui sont enfouis sous une couche de glaçure transparente de l'ordre de 180 nanomètres, ce qui le rapproche de la production Mésopotamienne.

La teinte brune du décor à l'argent n'a été observée en re-création que dans le cas d'une forte saturation de la glaçure en Cu° , ce qui est le cas ici et ne se retrouve jamais dans les productions anciennes.

4. Bilan sur la création de décors de lustre métallique à base d'argent (dont la production de T.Kato) ou de cuivre

Ce travail a mis en avant plusieurs paramètres liés à la réalisation d'un décor de lustre métallique :

- L'argent peut être réduit facilement et produit des décors verts en réflexion diffuse, de toutes les couleurs visibles en spéculaire. Lorsque les teneurs en argent sont très élevées, comme dans la production contemporaine du japonais Takuo Kato, le décor prend une teinte brune, mais ce cas de figure ne se rencontre pas dans les productions anciennes, les teneurs étant beaucoup plus faibles.

- Le cuivre est difficile à réduire, car il nécessite une température et une réduction constantes pour ne pas être ré-oxydé. Il produit des décors bruns (rougeâtres à brun foncé) en réflexion diffuse et toutes les couleurs visibles en spéculaire.

- Les glaçures doivent contenir des alcalins, même en faibles teneurs (la glaçure de Kato n'en contient 5 %) pour permettre la pénétration des ions métalliques dans le verre.

Il faut tout de même noter que ces paramètres ne peuvent se suffire, la technique du décor de lustre métallique à proprement parler, ne concernant pas seulement le décor, mais bel et bien l'ensemble carreau glaçuré/décor, les deux étant interdépendants.

Il paraît ainsi nettement plus simple de créer des décors de lustre métallique à l'argent, plutôt que d'utiliser le cuivre ou un mélange mixte (argent + cuivre), dont le contrôle de la cuisson est certainement complexe.

Le cuivre est pourtant présent dans tous les décors de lustre métallique sur céramique glaçurée et ce depuis les premières productions mésopotamiennes du IX^{ème} ap J.C. La raison vient peut être d'une **volonté** des céramistes d'**augmenter** la **palette** des couleurs en **réflexion diffuse**.

La céramique, étant comme beaucoup d'autres arts très sensible aux **effets de mode** (et donc aux demandes des clients), il est possible que le goût des **teintes brun-rougeâtres** en réflexion diffuse ait incité la production de décors au cuivre, l'argent ne donnant que des couleurs verdâtres (brunes en cas de saturation). Cette couleur brun-rouge principalement à base de cuivre, deviendra prédominante dans les productions à partir du XII^{ème} s ap J.C. (Syrie, Perse, Espagne et Italie), à tel point qu'en Italie au XV^{ème} s ap J.C., la couleur rouge en réflexion diffuse avait nettement plus de valeur aux yeux des commanditaires que les reflets métalliques colorés...

VI. Essais de re-cr ation d'un d cor de lustre m tallique d'apr s le mod le de Kairouan (Tunisie, IX^{ me} s ap J.C.)

Les carreaux de c ramique gla ur e   d cor de lustre m tallique de Kairouan (Tunisie, IX^{ me} s ap J.C.) sont consid r s comme l'un des points culminants de la technique   cause de la qualit  de leur ex cution et de la pr sence de d cors polychromes. Deux teintes de d cors en r flexion diffuse les caract risent : « vert » et « brun » que l'on peut d composer en « brun clair » (ou ocre jaune) et « brun fonc  » (marron).

Pour essayer de re-cr er de tels d cors, la cr ation (et l'enrichissement) d'une base de donn es analytiques, l'approche th orique du ph nom ne optique, ainsi que des re-cr ations pr alables sont n cessaires (rencontre « Entreprise-universit  », re-cr ations effectu es en laboratoire ou par des c ramistes).  tant donn  qu'il s'agit ici de d cors tr s aboutis, fruits des travaux de plusieurs g n rations de c ramistes exp riment s, le d fi   relever ne pouvait que n cessiter une approche riche et complexe.

Apr s avoir obtenu un support adapt  et d termin  des param tres li s   la pr paration du m lange lustrant et au traitement thermique r ducteur, on peut passer   la re-cr ation des d cors mixtes cuivre/argent, derni re  tape du travail.

Mots cl s : Argent ; Collo ides m talliques ; Cuivre ; Kairouan ; D cor de lustre m tallique ; Diffusion ; Reflets m talliques color s ; R flexion diffuse ; R flexion sp culaire.

1. Param tres communs aux d cors « verts » et « bruns »

1.1. Param tres modifi s durant les re-cr ations

Ces exp riences ont  t  r alis es sur le m me mod le que celles ayant men es   la r alisation des carreaux   l'argent ou au cuivre (partie V du chap 2). Un seul param tre a  t  modifi    la fois et les exp riences r alis es syst matiquement en parall le pour les m langes lustrants devant produire du « vert » ou du « brun ».

Les param tres modifiables se r partissent en plusieurs cat gories :

- **nature** des **sels** m talliques : sulfures ou m taux (calcin s ou non au soufre),
- **teneur** en **sels** m talliques des m langes et l'ajout d'autres compos s : changement des rapports sels/ocre, introduction de fer ou/et soufre,
- **application** des **m langes** lustrants : pose au calame ou au pinceau, couche unique ou superpos e,
- **cuisson au four   bois** : disposition des carreaux dans le four, dur e et intensit  de la r duction, temp rature.

1.2. La pr paration des m langes

a/ *Composition des m langes lustrants* : D'apr s les recettes et les essais pr c demment effectu s, nous avons privil gi  l'utilisation de **sulfures** et de **m taux** (grill s ou non au soufre) additionn s d'**ocre** et de **vinaigre**, puisque cette recette, tir e du trait  persan

d'**Abu'l Qasem al Kashani** (1301 ap J.C.), semble la plus propice à la création de décors en réflexion diffuse comme spéculaire (partie IV du chap 2).

b/ *Teneurs en sels métalliques des mélanges lustrants* : les rapports Ag/Cu et les teneurs en métaux, sont déterminés par rapport aux **caractérisations** des décors de Kairouan, effectuées par **O.Bobin** dans sa thèse (Bobin, 2001) (tableau 41).

Composition des décors de Kairouan en fonction de leur couleur en réflexion diffuse			
Couleur en réflexion diffuse	Moyenne des métaux (Cu + Ag)		
	Rapport [Ag]/[Cu]	Teneurs en % atomiques	Total % atomique
Décor vert monochrome	Ag/(Cu+Ag) : 85.84 Cu/(Cu+Ag) : 14.16	Ag : 1,10 ± 0,35 Cu : 0,18 ± 0,15	1.29 %
Décor vert polychrome	Ag/(Cu+Ag) : 62.35 Cu/(Cu+Ag) : 37.64	Ag : 0,72 ± 0,4 Cu : 0,4 ± 0,12	1.13 %
Décor brun clair (ocre jaune)	Ag/(Cu+Ag) : 15.67 Cu/(Cu+Ag) : 84.33	Ag : 0,26 ± 0,15 Cu : 1,42 ± 0,4	1.68 %
Décor brun foncé (marron)	Ag/(Cu+Ag) : 25.10 Cu/(Cu+Ag) : 74.71	Ag : 0,83 ± 0,3 Cu : 2,47 ± 0,7	3.29 %

Tableau n 41 : Comme on peut le constater grâce au rapport Ag/Cu, les décors verts se composent d'une majorité d'argent (62 à 85 %) et contiennent assez peu de métal (à peine 1 % atomique). Les décors ocre jaune et marrons comprennent majoritairement du cuivre (74 à 84 %) ainsi qu'une quantité plus importante de métal, notamment le décor brun qui dépasse les 3 % atomiques (Bobin, 2001).

- Étant donné que l'échange ionique n'est pas équilibré (point V du chap 2) et que l'on suppose que tous les ions ne pénétreront pas dans la glaçure (métaux dans le dépôt de mélange lustrant après cuisson), des mélanges lustrants ont été réalisés avec des **teneurs identiques**, mais aussi légèrement **inférieures** ou **supérieures** à celles des décors de Kairouan.

- Différents **rapports sels métalliques/ocre** ont été testés. Ces rapports ont évolué de 1 part de sels métalliques pour 1 part d'ocre (1/1), à une 1 part de sels pour 12 d'ocre (1/12) (tableau 42).

Masse des sels métallique (en g) pour 1g d'ocre						
Couleur du décor diffus	Rapport 1/3		Rapport 1/5		Rapport 1/7	
	Ag	Cu	Ag	Cu	Ag	Cu
Vert monochrome	0.2858	0.0471	0.1717	0.0283	0.1227	0.0202
Vert polychrome	0.2076	0.1253	0.1247	0.0753	0.0891	0.0538
Ocre jaune	0.0522	0.2808	0.0313	0.1687	0.0224	0.1206
Marron	0.0902	0.2488	0.0502	0.1494	0.0387	0.1068

Tableau n 42 : Les mélanges ont été réalisés avec différents rapports ocre/sels métalliques. Sont présentés ici 3 exemples avec les rapports 1/3, 1/5 et 1/7. La recette de base, équivalente à un peu plus d'un gramme de mélange, permet de multiplier facilement les quantités. En fabriquant selon les besoins, la perte de matière est limitée, peu de mélange lustrant étant nécessaire pour réaliser quelques carreaux de petites dimensions.

c/ *Broyage des mélanges lustrants* : Suite aux essais préalablement réalisés (partie IV du chap 2) une durée moyenne de **2 heures** a été appliquée à tous les mélanges, la teinte et la finesse évoluant peu au delà de cette durée. Ce broyage s'effectue au vinaigre, en volume variable selon la texture recherchée. Un broyage fin permet une **meilleure ionisation** (plus un

objet est petit, plus il a de surface) et donc une pénétration plus facile des ions métalliques, mais il semble peu probable que cette étape soit la seule responsable de la dimension des nanoparticules, le traitement thermique réducteur étant déterminant dans le processus de coalescence des colloïdes.

d/ *Application des mélanges lustrants* : Les mélanges lustrants ont été appliqués en couches minces majoritairement au **pinceau** et dans quelques cas au **calame**.

1.3. La cuisson réductrice

a/ *Température de réduction et enfournement des carreaux dans le four à bois de re-création* : Il a été déterminé (partie V du chap 2) que la plage de **température** la plus favorable à la formation d'un décor à l'**argent** était comprise entre **500 et 600°C**, tandis que celle du **cuivre** se situe entre **600 et 680°C**. Ainsi les décors avec une majorité d'argent devraient plutôt être disposés dans la partie supérieure du four, tandis que ceux à majorité de cuivre seraient placés en partie basse. En-dessous de cette plage l'échange ionique n'a pas lieu, au-dessus, le décor s'altère (affadissement voir disparition du décor). La mixité des métaux, fait que chaque mélange lustrant a été appliqué sur des éprouvettes réalisées en 3 exemplaires strictement identiques et placées sur les 3 **niveaux d'enfournement** du four à bois de re-création, pour évaluer l'influence de la température sur la composante métallique.

b/ *Durée et moment choisi pour la réduction* : Les essais effectués avec le four à bois de re-création, tendent à montrer qu'un **palier réducteur** d'une durée de **1h30** est suffisant pour obtenir un décor de lustre métallique (partie V du chap 2). Au-delà, il devient difficile de ne pas ré-oxyder le four, ce qui diminue la qualité des décors à base de cuivre.

c/ *Intensité de la réduction* : L'**alternance** de phases oxydantes et réductrices, est le protocole choisi (partie V du chap 2), car il évite d'oxyder définitivement le décor en formation (réduction « légère ») ou de diminuer trop fortement la température dans le laboratoire (réduction « forte »).

2. Les décors « verts »

Ces décors composés d'environ 75 % d'Ag⁰, **se comportent** thermiquement, comme les **decors** contenant seulement de l'**argent**.

2.1. La température de réduction

Entre 500 et 600°C se trouve la **plage de température adéquate** pour la formation du décor. Celui-ci se forme systématiquement et présente une teinte **verte** plus ou moins saturée en réflexion diffuse (fig 127a,b), associée à des **reflets** métalliques hétérogènes pouvant avoir toutes les couleurs du spectre.

Au-delà de 600°C, le décor change peu à peu de teinte avec la montée en température, prenant une teinte **beige-gris** en réflexion diffuse, sans reflet métallique. Il est considéré comme « surcuit » (fig 127c). Les niveaux supérieurs du four dont la température est la plus basse (500-600°C) semblent donc les plus adaptés à la cuisson de ce type de décor.

Des essais de phases réductrices d'une durée supérieure à 1h30 (2h et 3h) ont été effectués, mais comme attendu, aucune modification de teinte en réflexion diffuse n'a été observée.

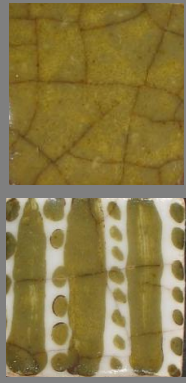
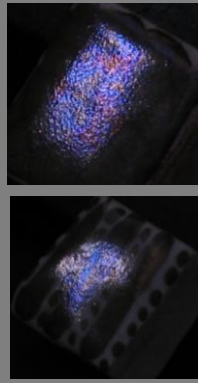
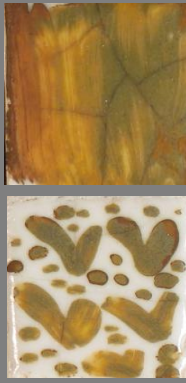
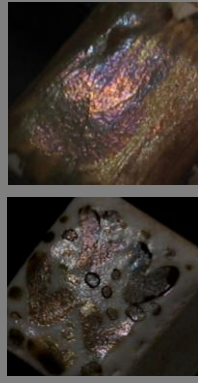

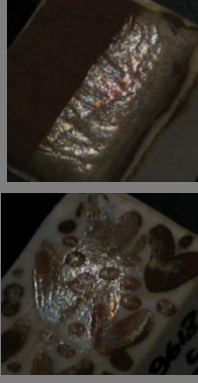
Carreaux de re-création (2 x2 x 1xm) à décor « vert »		
Température moyenne de réduction	Réflexion diffuse	Réflexion spéculaire
a. Température entre 500 et 550°C (niveau haut du four)		
b. Température entre 550 et 600°C (niveau médian du four)		
c. Température légèrement supérieure à 600°C (niveau bas du four)		

Figure n 127 : Décors « verts » composés majoritairement d'Ag°.

a. Entre 500 et 550°C le décor est vert plus ou moins saturé, avec des reflets métalliques variés, ici bleus et mauve, de forte réflectance.

b. Entre 550 et 600°C, la teinte verte se nuance de jaune/orangé, le cuivre contenu dans les décors ayant commencé à réduire. Les reflets sont plus nuancés, avec des plages orangés, roses ou rougeâtres.

c. Au-delà de 600°C, le décor change peu à peu de teinte, une composante beige-gris s'ajoutant à la teinte. La production de reflets métalliques roses, bleus ou orangés est moins fréquente et souvent moins intense.

2.2. Couleur des décors « verts »

Note : Les résultats présentés sont représentatifs de la majorité des décors de re-création

2.2.1. Réflexion diffuse

Le décor perçu visuellement en réflexion diffuse est « **vert** ». La longueur d'onde mesurée est comprise entre 576 et 580 nm, ce qui correspond au domaine colorimétrique du **jaune** (jaune-orange pour le niveau bas). La saturation de ces décors varie selon les échantillons (P_e : 27 à 57 %) contrairement à leur luminosité qui est moyenne (L^* : 45 à 53 %) (tableau 43). Cette couleur résulte d'un **mélange inégal de jaune et de vert** (niveau haut) ou de **jaune et de rouge** (niveaux médians et bas), avec une majorité de jaune (b^*) (tableau 43).

Les décors de **re-création** se **rapprochent** des observations effectuées sur les carreaux de **Kairouan**. La seule différence est que ceux-ci se situent dans le domaine jaune-vert (Bobin, 2001 ; Bobin 2003). Elle résulte probablement du protocole thermique employé, le cuivre réduit apportant une nuance rouge aux re-créations (tableau 43, fig128).

Origine des carreaux	Décor « vert »	Teinte (mesurée)	λ (nm)	P_e	Coordonnées Yxy			Coordonnées $L^*a^*b^*$		
					Y	x	y	L^*	a^*	b^*
Carreaux de Kairouan (mesures <i>in situ</i>)	Mono n°47	Jaune	576	41	18	0.38	0.40	49	0.0	24.0
	Mono n°94t	Jaune	575	60	11	0.41	0.44	40	- 2.6	32.4
	Poly n°15	Jaune	575	29	21	0.36	0.38	53	- 1.1	18.4
	Poly n°152	Jaune-verdâtre	574	28	27	0.35	0.38	52	- 2.4	28.4
Carreaux de re-création	Niveau haut	Jaune	576	57	20	0.41	0.43	52.6	- 0.83	36.96
	Niveau médian	Jaune	578	40	14	0.39	0.39	45.52	2.1	22.28
	Niveau bas	Jaune-orange	580	27	20	0.37	0.37	52.78	3.5	16.57

Le n° renvoi au schéma réalisé par C.Ney qui répertorie les carreaux du mihrab et du mur de qibla (voir p 42)

Tableau n 43 : Coordonnées chromatiques de décors « verts » de Kairouan mesurés in situ en réflexion diffuse (Bobin, 2001) et de décors « verts » de re-création. On observe une bonne concordance entre les teintes des carreaux de Kairouan et ceux de re-création, notamment pour les niveaux hauts et médians.

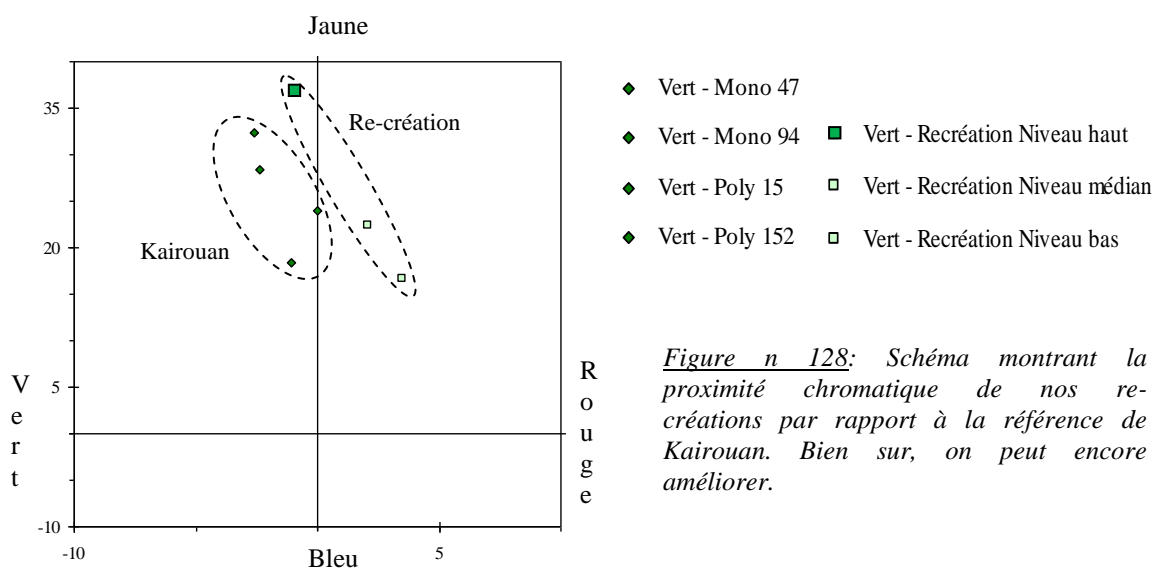


Figure n 128: Schéma montrant la proximité chromatique de nos re-créations par rapport à la référence de Kairouan. Bien sur, on peut encore améliorer.

2.2.II. R flexion sp culaire

Toutes les couleurs du visible sont repr sent es, avec une majorit  de **jaune dor , orang , bleu, rose ou violet**. La couleur de reflets la plus rare  tant la verte. Il est **difficile** de **comparer la couleur des reflets m talliques** des d cors « verts » de Kairouan et de re-cr ation. En effet, la teinte n'est pas seulement li e   la nature des m taux, mais surtout   la dimension des particules (partie III du chap 2). Elle r sulte du broyage, de la p n tration des ions m talliques dans la gla ure et de la mani re dont ont  t  conduites les cuissons. On peut seulement remarquer pour les deux productions une pr dominance de reflets dor s, donc de d cors contenant en plus des petites, quelques « moyennes » ou « grosses » particules.

2.4. Composition des d cors « verts »

a/ *Identit  des chromog nes en spectrom trie d'absorption optique* : Comme attendu, ces d cors se composent d'argent et de cuivre sous forme **Ag⁰** et **Cu⁰** (bande d'absorption Ag⁰ : 420-421 nm ; Cu⁰ : 552-553 nm).

b/ *Dosage par fluorescence de rayons X* : Ces d cors « verts » sont compos s d'une **majorit  d'argent** (Ag : 81   86 %) et d'une **minorit  de cuivre** (Cu : 14   22 %),   hauteur de 1.10 % de m tal (tableau 44). Les d cors qui ont  t  trop chauff s (niveau bas) ayant des teneurs sensiblement identiques   celles des autres d cors, on peut penser que le changement de teinte est d    la dimension et/ou   la localisation des collo ides m talliques.

Ces rapports et teneurs en m taux des d cors « verts » de **re-cr ation** sont **comparables**   ceux des d cors « verts » de Kairouan (tableau 44).

Composition des d�cors « verts » de Kairouan et de re-cr�ation						
Origine	Couleur	[Ag]	[Cu]	Ag/(Cu + Ag)	Cu/(Cu + Ag)	Total % atomique
Kairouan	D�cor vert monochrome	1.10 ± 0,35	0.18 ± 0,15	85.84	14.16	1.29
	D�cor vert polychrome	0.72 ± 0,4	0.40 ± 0,12	62.35	37.64	1.13
Re-cr�ation	Niveau haut	1.0 ± 0.04	0.16 ± 0.13	86	14	1.16
	Niveau m�dian	0.89 ± 0.2	0.21 ± 0.07	81	19	1.10
	Niveau bas	0.91 ± 0.01	0.12 ± 0.09	88	22	1.03

Tableau n 44 : Dosage des chromog nes (% atomiques) des d cors « verts » de Kairouan et de re-cr ation. Les rapports Ag/Cu et les teneurs sont sensiblement identiques.

2.5. Reproductibilit  des d cors « verts »

La **reproductibilit ** des d cors « verts » est **bonne** lorsque les conditions de cuisson sont correctes. Si la temp rature d passe les 600 C sur une longue dur e, la teinte des d cors va tendre vers le gris et entra ner la disparition des reflets m talliques. Ce comportement est identique   celui des d cors contenant uniquement de l'argent. La seule diff rence sera la l g re nuance de teinte apport e ou non par le cuivre, en fonction de sa r duction.

En r sum  : Les d cors « verts » de re-cr ation, sont sensiblement identiques (teinte et composition)   leur mod le Kairouanais, notamment lorsqu'ils ont  t  produits entre 500 et 550 C. Bien que mixtes, ces d cors se comportent essentiellement comme des d cors   base d'argent, le cuivre pr sent en faible teneur n'apportant qu'une l g re nuance orang e.

3. Les décors « bruns » (ocre jaune et marron)

Ces décors composés de 74 à 88 % de Cu^o **se comportent** thermiquement comme les **décors** contenant du cuivre, bien que le résultat soit plus nuancé pour les décors ocre jaune

3.1. La température de réduction

Entre 600 et 680°C se trouve la **plage de température adéquate** pour la formation du décor. Celui-ci présente en réflexion diffuse une teinte « brune » allant de l'ocre jaune au brun foncé, avec une saturation variable (fig 129), associée à des **reflets** métalliques hétérogènes pouvant avoir toutes les couleurs du spectre.

Au-delà de 680°C, le décor change de teinte avec la montée en température, prenant une teinte **beige-gris** à **verte** en réflexion diffuse, sans reflet métallique. Il est considéré comme « surcuit ». La glaçure ayant ramolli plus que nécessaire le décor a tendance à **diffuser** dans la glaçure, formant des **halos** plus ou moins prononcés autour de la zone initialement prévue (fig 129e,f). Ce type de défaut n'apparaît que rarement sur les décors anciens, les céramistes ayant une grande maîtrise de leur protocole thermique ou/et... ne fournissant que les pièces sans défaut à leurs commanditaires.

Les niveaux médian et bas du four dont la température est comprise entre 600 et 680°C sont les plus adaptés à la cuisson de ce type de décor, dont l'atmosphère doit être strictement contrôlée pour éviter les ré-oxydations. Des essais de phases réductrices d'une durée supérieure à 1h30 (2h et 3h) ont été effectués, mais la durée a tendance à dégrader le décor.

3.2. Couleur des décors « bruns » (ocre jaune et marron)

Note : Les résultats présentés sont représentatifs de la majorité des décors de re-création

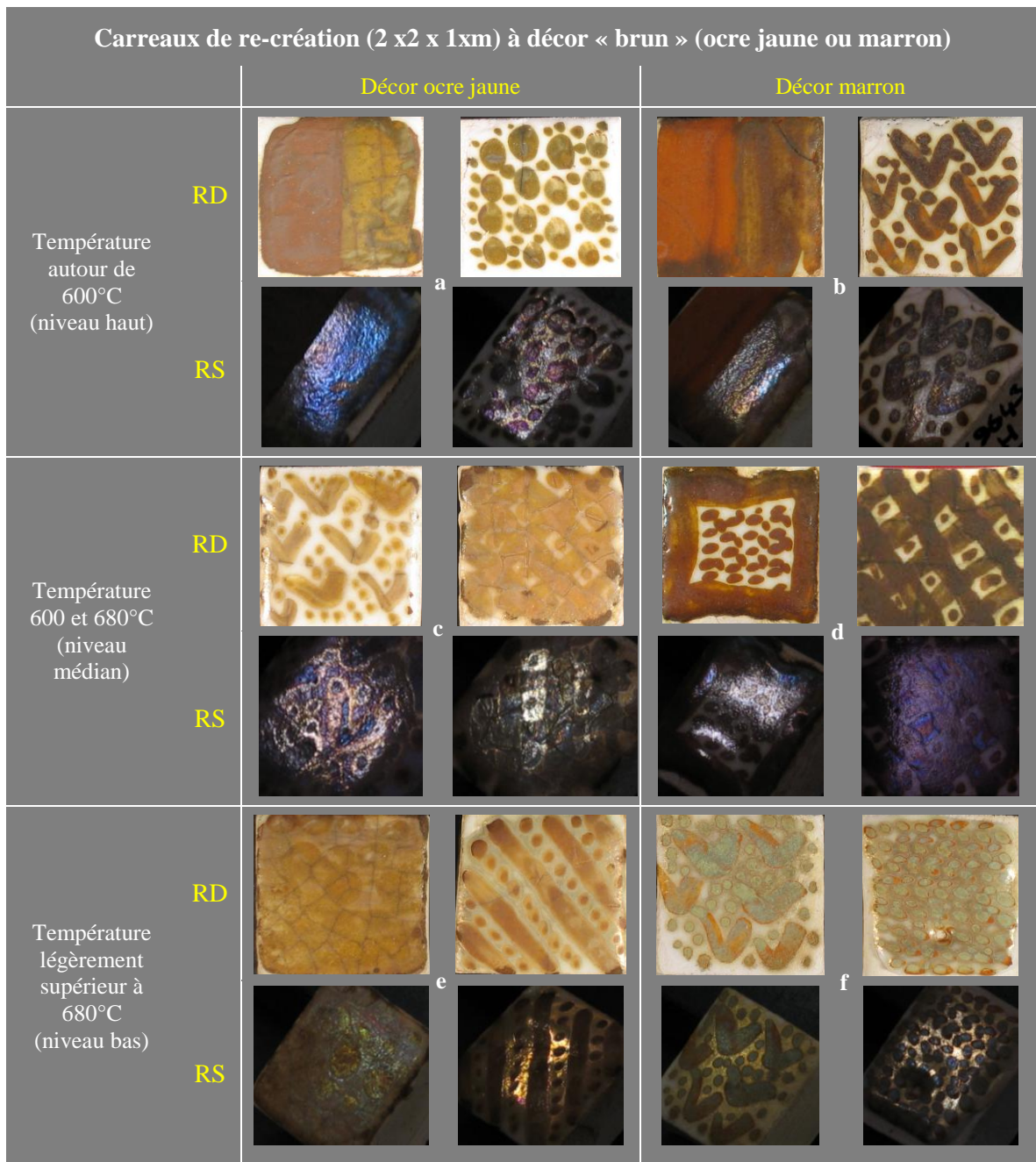
3.2.I. Réflexion diffuse

Le décor perçu en réflexion diffuse est **brun clair (ocre jaune) ou brun foncé (marron)**. La longueur d'onde mesurée est comprise entre 579 et 590 nm, ce qui correspond au domaine colorimétrique du **jaune** à l'**orange**. La saturation des décors varie selon les échantillons (Pe : 32 à 80 %) contrairement à leur luminosité qui est moyenne (L* : 49 % en moyenne) (tableau 45). Cette couleur résulte d'un **mélange inégal de jaune et de rouge** avec une prédominance du jaune (b*) (tableau 45). Les décors de re-création se rapprochent visuellement de leur modèle de Kairouan. (tableau 45, figure 130).

3.2.II. Réflexion spéculaire

Toutes les couleurs du visible sont représentées, avec une majorité de jaune doré, **orangé, bleu, rose ou violet**. La couleur de reflets la plus rare étant la verte.

Il est **difficile de comparer la couleur des reflets métalliques** des décors « bruns » (ocre jaune et brun foncé) de Kairouan et de re-création. En effet, la teinte n'est pas seulement liée à la nature des métaux, mais surtout à la dimension des particules. On peut seulement remarquer pour les deux productions une prédominance de reflets dorés, donc de décors contenant en plus des petites, quelques « moyennes » ou « grosses » particules.



RD : r flexion diffuse ; RS : r flexion sp culaire

Figure n 129 : D cors « bruns » (ocre jaune et marron), compos s d'une majorit  de cuivre.

a. En r flexion diffuse le d cor ocre jaune est nuanc  de vert. Il est souvent h t rog ne. Les reflets bleus ou violets visibles sur certains  chantillons, indiquent que les nanoparticules qui composent le d cor sont de petites dimensions.

b. Le d cor marron, est souvent l g rement teint  de rouge tre. Les reflets m talliques peuvent  tre dor s, bleus, roses...

c. Les d cors en r flexion diffuse ont maintenant une teinte ocre jaune sans nuance de vert ce qui signifie que plus de cuivre a r duit. Les reflets sont toujours de teintes vari es, ici bleus et jaunes.

d. Le d cor brun en r flexion diffuse pr sente des reflets souvent bleut s, violets ou bleu tr s clair

e. La teinte commence   s'affadir et   se nuancer de beige   cause de la sur-cuisson et de la diffusion. Les reflets sont souvent moins nets, dor s, turquoise ou orang s.

f. Le sur-chauffage du d cor brun a fait passer la teinte du brun au verd tre avec quelques zones rouge tres en r flexion diffuse. En r flexion sp culaire les reflets, quand ils sont pr sents, sont principalement dor s.

Origine des carreaux	Décor « brun »		Teinte (mesurée)	λ (nm)	Pe	Coordonnées Yxy			Coordonnées L*a*b*		
						Y	x	y	L*	a*	b*
Carreaux de Kairouan (mesures <i>in situ</i>)	Ocre jaune	Poly n°105	Jaune-orangé	582	37	24	0.39	0.38	56	7.5	23.4
		Poly n°118	Orange	590	54	4	0.45	0.37	19	11.6	6.4
		Poly n°152	Jaune-orangé	582	80	18	0.40	0.39	50	8.6	24.5
	Brun sombre	Poly n°118	Orange	590	54	4	0.45	0.37	19	11.6	6.4
		Poly n°152	Jaune-orangé	582	43	18	0.40	0.39	50	8.6	24.5
Carreaux de re-création	Ocre jaune	Haut	Jaune	579	52	8,6	0.41	0.41	35.21	3.91	24.63
		Médian	Jaune-orange	583	41	11	0.40	0.38	40.72	7.82	20.29
		Bas	Jaune-orange	583	46	17	0.41	0.39	48.82	9.56	26.02
	Brun sombre	Haut	Orange	586	42	10	0.41	0.38	38.79	10.76	19.71
		Médian	Jaune	579	32	18	0.37	0.38	49.94	3.39	19.02
		Bas	Orange	590	64	17	0.48	0.39	49.14	25.7	37.14

Le n° renvoi au schéma réalisé par C.Ney qui répertorie les carreaux du mihrab et du mur de qibla (voir p 42)

Figure n 45 : Coordonnées chromatiques de décors « bruns » de Kairouan mesurés *in situ* en réflexion diffuse (Bobin, 2001) et de décors « bruns » de re-création. Les teintes des carreaux de Kairouan et de re-création sont relativement proches, autant pour le décor ocre jaune (ou « brun clair ») que pour le décor brun sombre (ou marron).

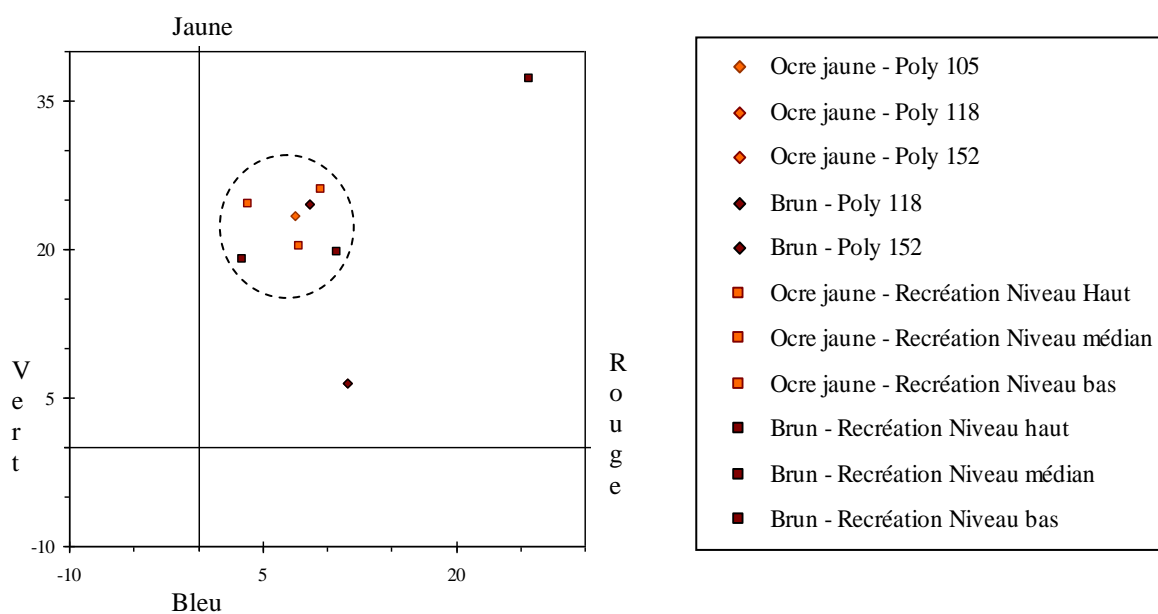


Figure n 130: Schéma montrant la proximité chromatique de nos re-créations par rapport à la référence de Kairouan.

3.3. Composition des d cors « bruns »

a/ *Identit  des chromog nes en spectrom trie d'absorption optique* : Comme attendu, ces d cors se composent d'argent et de cuivre sous forme Ag° et Cu° (bande d'absorption Ag° : 419-422 nm ; Cu° : 550-552 nm).

b/ *Dosage par fluorescence de rayons X* : Ces d cors « bruns » sont compos s d'une **majorit  de cuivre** (Cu : 66   92 %) et d'une **minorit  d'argent** (Ag : 3   34 %). Les teneurs varient de 1.40 % pour le d cor « ocre jaune »   2.6 % pour le d cor « brun fonc  » (tableau 46). Les d cors qui ont  t  trop chauff s (et parfois diffus s) ayant des teneurs sensiblement identiques   celles des autres d cors, on peut penser que le changement de teinte est d    la dimension ou/et   la localisation des collo des m talliques.

Les rapports et teneurs en m taux des d cors « ocre jaune » et « brun fonc  » de **re-cr ation** sont **diff rents** de ceux des d cors de Kairouan (tableau 46), principalement pour le d cor « brun fonc  » :

- Le rapport $\text{Cu}/(\text{Cu} + \text{Ag})$ est plus  lev  dans les re-cr ations que dans les carreaux de Kairouan. Le m lange lustrant employ  a  t  r alis    partir des teneurs identifi es dans les d cors, lesquelles ne correspondent peut  tre pas aux m langes lustrants d'origine dont il n'existe pas de fragment (pas   notre connaissance). L' change ionique n' tant pas  quilibr  (partie V du chap 2), le m lange lustrant employ  et le protocole de cuisson ont influenc  le r sultat final qui est diff rent de celui attendu.

- Au maximum, 2.8 % de m taux ont p n tr  dans la gla ure de re-cr ation, contrairement aux 3.29 % mesur s   Kairouan. Cette diff rence r sulte probablement du contr le du traitement thermique.

Composition des d�cors bruns (« ocre jaune » et « marron ») de Kairouan et de re-cr�ation						
Origine	Couleur	[Ag]	[Cu]	Ag/(Cu + Ag)	Cu/(Cu + Ag)	Total % atomique
Kairouan	Ocre jaune (brun clair)	0,26 ± 0,15	1,42 ± 0,4	15.67	84.33	1.68
	Marron (brun fonc�)	0,83 ± 0,3	2,47 ± 0,7	25.10	74.71	3.29
Re-cr�ation	Ocre jaune Niveau haut	0.16± 0.04	0.94 ± 0.12	34	66	1.41
	Ocre jaune Niveau m�dian	0.10 ± 0	1.37 ± 0.03	3	97	1.47
	Ocre jaune Niveau bas	0.23 ± 0.01	1.31 ± 0.07	15	85	1.54
	Brun fonc� Niveau haut	0.42 ± 0.02	2.03 ± 0.08	18	82	2.45
	Brun fonc� Niveau m�dian	0.21 ± 0.03	2.61 ± 0.04	8	92	2.82
	Brun fonc� Niveau bas	0.38 ± 0.01	1.99 ± 0.08	16	84	2.37

Tableau n 46 : Dosage des chromog nes (% atomiques) des d cors « ocre jaune » et « brun fonc  ». Ces d cors sont compos s tr s majoritairement de cuivre. La teneur et les rapports des d cors « bruns » de Kairouan sont diff rents de ceux de re-cr ation.

3.4. Reproductibilité des décors « bruns » (ocre jaune et marron)

La **reproductibilité** des décors « bruns » est très **difficile** car :

- Le traitement thermique doit atteindre une **température suffisante** et ne pas comporter de longue phase **réoxydante**.

- Il est difficile de **faire pénétrer** plus de 2.5 % atomique de métal dans la glaçure alors que le décor brun en comprend plus de 3 %.

Ce comportement est proche de celui des décors contenant uniquement du cuivre. La seule différence est la présence d'argent qui donnera une teinte plus ou moins jaune au décor en réflexion diffuse. Si le cuivre a correctement réduit la teinte tirera plus sur le rouge, tandis que s'il a peu réduit ou a été réoxydé, la teinte sera plus jaune.

En résumé,

La production d'un décor de lustre métallique composé d'une majorité de cuivre, comme c'est le cas du décor « brun », est toute aussi difficile que la production de décors contenant seulement du cuivre. Pour obtenir un décor en réflexion diffuse et à la réflexion spéculaire, le traitement thermique réducteur et la température doivent être constants. Cela pose évidemment des difficultés de reproductibilité, une atmosphère réductrice n'étant jamais stable, même dans les fours industriels contemporains.

4. Re-créer des décors à décor polychrome (vert et brun)

« *L'Homme de Bagdad* » a su combiner sur ses carreaux jusqu'à 3 teintes en réflexion diffuse, qui correspondent à 3 compositions élémentaires et donc 3 mélanges lustrants différents ($[Ag] > [Cu]$; $[Ag] = [Cu]$; $[Ag] < [Cu]$). Comme on vient de le voir, ces mélanges ont des protocoles de cuisson qui leur sont propres et concilier les 3 s'avère être très complexe, notamment pour les mélanges à majorité de cuivre.

4.1. Échouer

L'**obtention** de carreaux polychromes est **assez difficile**, notamment à cause de la grande **sensibilité** du **cuivre** à la **réduction** et à la **température**, les deux paramètres peuvent être indépendants ou simultanés. En cas de réoxydation, la majorité des décors se **dégradent** en réflexion diffuse et/ou spéculaire (fig 131). Les décors dont la teneur sera la plus forte en argent seront mieux préservés, celui-ci étant moins sensible que le cuivre (partie V du chap 2).

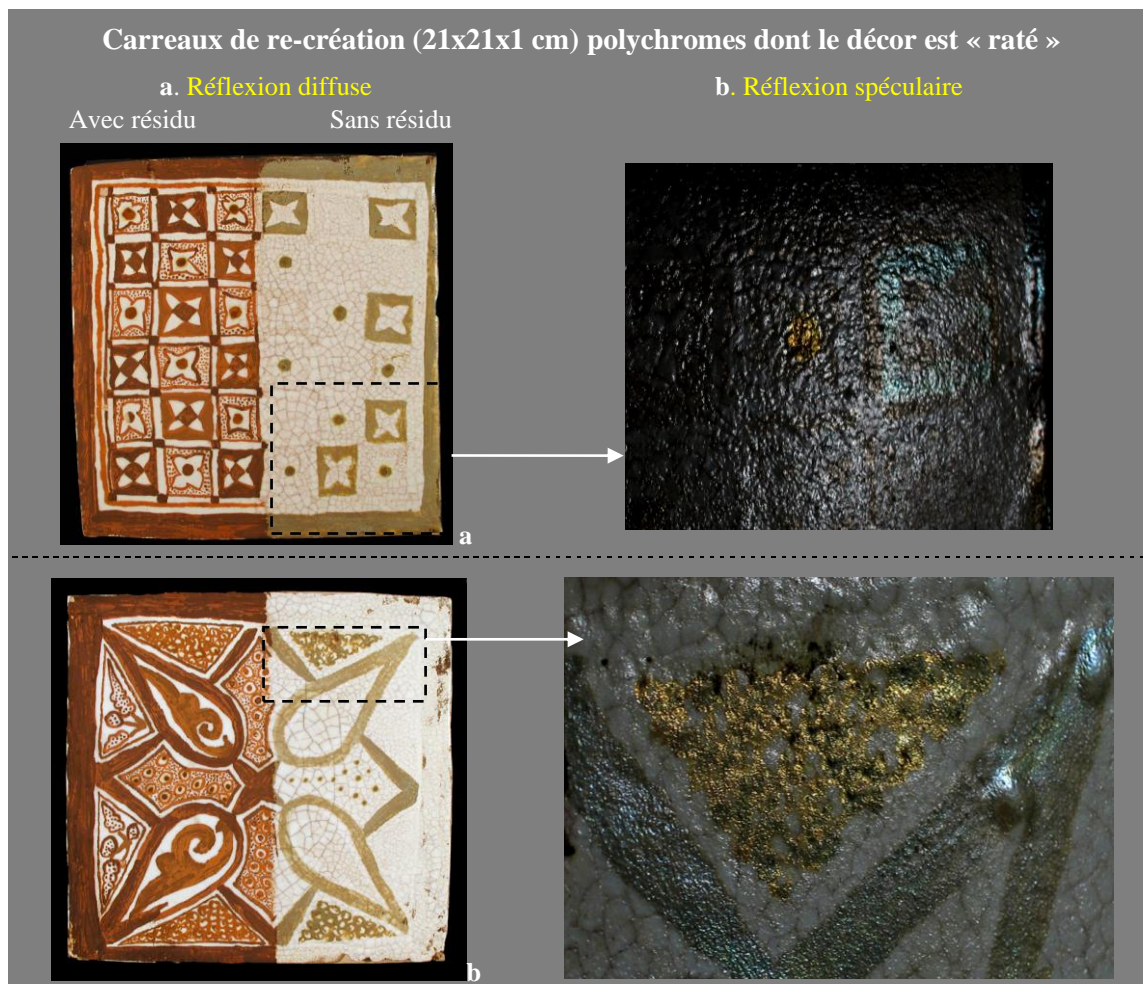


Figure n 131 : Carreaux de re-création (21 x 21 x 1 cm), dont les décors (reprenant les motifs de Kairouan) ont été chauffés à 700°C (a. BDX 9724 et b. 9725). La température trop élevée ainsi qu'une possible réoxydation ont dégradé les décors, dont seuls ceux prévus pour donner du « vert » ou de « l'ocre jaune » sont visibles à cause de leur teneur élevée en Ag°. Le décor beige plus ou moins saturé en réflexion diffuse a des reflets assez pâles jaune doré ou turquoise. La présence de tressaillures est liée à un léger défaut de composition de la glaçure de re-création, qui a été rectifiée depuis.

4.2. Réussir

Lorsque l'**atmosphère** et la **température** de réduction ont été parfaitement maintenues pendant une durée suffisante, on peut obtenir des **décors de lustre métallique polychrome** (fig 132 et 133) :

- Décor « **vert** » : ce décor composé principalement d'**argent**, a une teinte verte plus ou moins saturée et légèrement nuancée d'ocre jaune en réflexion diffuse. Les reflets métalliques associés peuvent avoir toutes les couleurs visibles (fig 132 et 133).

- Décor « **brun** » (ocre jaune et marron) : ce décor composé à parts égales de cuivre et d'argent (ocre jaune) ou à majorité de **cuivre** (marron), est brun plus ou moins saturé en réflexion diffuse. Il présente des reflets métalliques qui peuvent avoir toutes les couleurs u visible (fig X et 133)

Malheureusement, il est très difficile d'obtenir ces décors polychromes à chaque cuisson, la moindre erreur dans le protocole de cuisson réductrice, altérant irrémédiablement les carreaux. Ce type d'objet devait être produit par des maîtres céramistes expérimentés peu nombreux, ce qui explique qu'en parallèle existait une production de carreaux monochromes qui finira par supplanter la polychromie, trop difficile à produire.

4.2. De la théorie à la pratique et inversement

Ces carreaux polychromes illustrent convenablement la **théorie** et réciproquement (point III du chap 2) :

a/ En réflexion diffuse :

- La couleur **verte** des décors en réflexion diffuse est produite par la **diffusion** des **grosses particules d'argent** (≥ 100 nm), le cuivre présent en faible teneur apportant parfois une légère nuance jaune orange (fig 132 et 133).

- La couleur **brune** des décors en réflexion diffuse résulte de la **diffusion** par de **grosses particules de cuivre**, celle-ci se trouvant dans l'orange-rouge plus ou moins saturé. Dans ce cas la teneur en argent, nuancera la teinte avec un léger apport de verdâtre (fig 132 et 133).

b/ A la réflexion spéculaire :

- Le **plasmon** des **petites particules** (< 30 nm) d'argent et de cuivre entre en **résonance** et se comporte comme un ensemble. En fonction de la **dimension** des colloïdes, l'absorption plasmon passera du **bleu** (petites particules) au **rouge** (majorité de petites particules avec quelques moyennes ou/et grosses), en balayant tout le spectre visible (fig 132 et 133).

- La couleur obtenue aura une réflectance élevée, les particules renvoyant quasiment toute la lumière incidente, d'où l'impression d'éclat métallique... coloré.



Figure n 132 : Carreau de re-création (21 x 21 x 1 cm), dont les décors (reprenant les motifs de Kairouan) principalement à base d'argent ont été chauffés à $\approx 550^{\circ}\text{C}$ (BDX 9722). La température et la réduction ayant été correctes, on a obtenu les décors verts et bruns attendus en réflexion diffuse. Les reflets métalliques associés sont principalement jaune doré, orangé, turquoise et violet avec de petites zones de pourpre, de rose ou de bleu. Leur réflectance élevée indique que le décor a été réussi. La présence de tressaillures est liée à un léger défaut de composition de la glaçure de re-création, qui a été rectifiée depuis (ph : C. Ollagnier)



Figure n 133 : Carreau de re-création (21 x 21 x 1 cm), dont les décors (reprenant les motifs de Kairouan) principalement à base d'argent ont été chauffés à $\approx 550^{\circ}\text{C}$ (BDX 9723). La température et la réduction ayant été correctes, on a obtenu les décors verts et bruns attendus en réflexion diffuse. Les reflets métalliques associés sont principalement jaune doré, orangé, turquoise rose ou bleu. Leur réflectance élevée indique que le décor a été réussi. La présence de tressaillures est liée à un léger défaut de composition de la glaçure de re-création, qui a été rectifiée depuis.

5. Bilan sur la re-cr ation des d cors « verts » et « bruns » de Kairouan (fig 134)

Les carreaux   d cor « **vert** » en r flexion diffuse, dont le d cor est compos  majoritairement d'argent, peuvent  tre produits de mani re **r guli re**, contrairement au d cor « **brun** » (incluant l'ocre jaune et le brun sombre) dont la forte teneur en cuivre, n cessite une tr s grande ma trise de la cuisson r ductrice. Une large palette de couleurs de reflets m talliques a  t  produite, mais leur reproductibilit  est g n ralement limit e, la conduite du traitement thermique et de la r duction  tant diff rente m me de peu, d'une cuisson   l'autre.

Pour produire de tels d cors, l'« Homme de Bagdad » a d  employer un **protocole** de r duction  tre **strict**.  tant donn  la complexit  d'un tel acte, il devait s'agir d'un ma tre exp riment  (et donc  g ) pour  viter la moindre erreur de cuisson. En effet, contrairement aux carreaux monochromes o  le d cor est r ussi ou rat  sans demi-mesure, les carreaux polychromes peuvent  tre partiellement r ussis (en fonction du rapport Ag/Cu) ce qui les rend inexploitable et repr sente une perte s che pour l'atelier. Cette difficult  explique peut- tre pourquoi les carreaux de Kairouan sont compos s d'une s rie de carreaux polychromes et d'une s rie de monochromes, ces derniers  tant plus faciles (et probablement moins chers)   produire.

Les carreaux **trichromes** n'ont  t  produits qu'en **M sopotamie** pendant deux si cles environ (IX-X^{ me} s ap J.C.), et les **bichromes** durant trois (** gypte**, XI^{ me} s ap J.C.), avant d' tre compl tement remplac s par les productions monochromes. Des effets de **mode** et d'**approvisionnement** pourraient  tre responsables de ce changement, mais il est probable que la raison soit uniquement **technique**, le nombre de c ramistes capables de ma triser une telle cuisson r ductrice devant  tre tr s r duit. Conflits et maladies, sont autant de facteurs qui ont pu emp cher la transmission du savoir-faire, jusqu'  sa disparition compl te.

Cela nous faire prendre conscience de l'importance de la conservation des techniques et de la transmission des savoir-faire, patrimoines immat riels pr serv s gr ce   la cr ation de statuts sp ciaux d di s aux artisans les plus qualifi s : les « Ma tres d'Art » en France, « Tr sors National Vivant » au Japon, ...

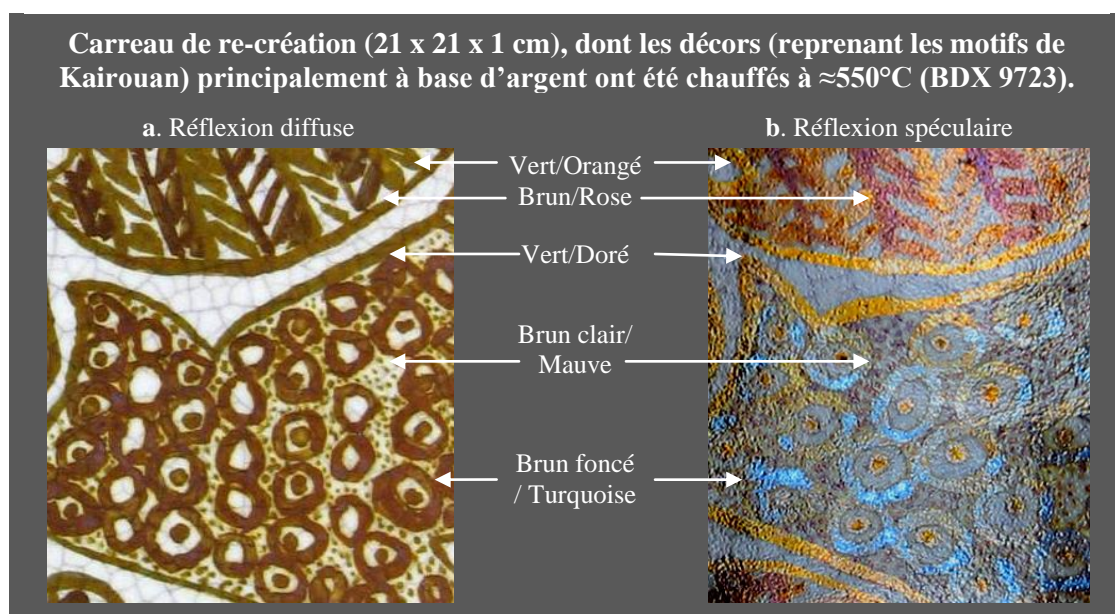


Figure n 134 : Les d cors « verts » et « bruns » d'un carreau de re-cr ation r ussi.

LUSTRE MÉTALLIQUE :

CONSERVATION D'UN SAVOIR FAIRE

Chapitre 3

I. Bilan

II. Bibliographie

III. Glossaire

Note : les termes suivis d'un astérisque (*) sont définis dans le glossaire.

I. Bilan

Lustre métallique : Conservation d'un savoir-faire

1. Une approche

Retrouver la technique du décor de lustre métallique employé pour réaliser les décors de lustre métallique conservés dans la Grande Mosquée Sidi Oqba de Kairouan (Tunisie, IX^{ème} s ap J.-C.), était un défi technique et scientifique à relever, car il s'agissait de **faire revivre un patrimoine immatériel disparu** depuis près d'un millénaire. Sans connaissance de la technique, il est impossible de conserver les objets porteurs de ce type de décor, dont les manques et défauts sont souvent masqués par de la peinture sans aucun point commun et surtout sans reflet métallique coloré...

Ce travail débuté au laboratoire de Bordeaux dans les années 1990 a conduit à la formation d'un réseau interdisciplinaire d'équipes scientifiques et universitaires réparties en Europe, Méditerranée, Moyen-Orient, Plateau Iranien et Asie Centrale, où la technique était très présente durant l'équivalent de notre Moyen-âge. Ce qui au départ, devait être la caractérisation d'une technique céramique particulière, est devenu au fil du temps un lien entre la Commission Européenne, le Conseil de l'Europe, des collectivités locales (dont le Conseil Régional d'Aquitaine), le Collectif National Français des Céramistes et des entreprises d'Aquitaine.

La rencontre « Entreprise-Université » réalisée en 2000 a montré l'intérêt que les céramistes contemporains portent à cette technique, qui pourra peut être dans un futur proche être à nouveau produite par des artisans, servir à la conservation d'objets de musées ou de sites et enfin participer à l'économie.

2. Une méthodologie

Re-crée, a demandé plusieurs approches simultanées et complémentaires. La première a été la création d'une banque de données analytiques, regroupant les caractérisations de plus d'une centaine d'échantillons allant du IX^{ème} au XXI^{ème} s ap J.C. On a ainsi vu apparaître des caractéristiques communes à plusieurs productions, des évolutions de teintes ou/et de matériaux,... qui ont permis de suivre la « Route du Lustre » dans le temps et l'espace (Cilia Platamone et Fiorilla, 1997). Elle a donné naissance en 1999 à une base de données bibliographiques (physique, histoire de l'art, archéologie) sur le décor de lustre métallique, dont la première grosse mise à jour a été effectuée en 2003 et la seconde est en cours.

En parallèle était menée une approche théorique, visant à la compréhension du double aspect du décor que l'on ne retrouve sur aucun autre type de production céramique ou verrière. Cette approche a évolué avec les nouvelles données acquises peu à peu par la base de données, ainsi que l'évolution de la physique, notamment ces dernières années avec l'apparition du concept de résonance plasmon de surface. L'approche actuelle choisie illustre la pratique de la re-création et explique certains points qui, jusque-là étaient sans réponse ou peu clairs.

Enfin, la re-création qui se nourrit des deux précédentes approches, l'une la guidant dans le choix des composés, l'autre expliquant pourquoi certaines expériences ou choix techniques n'ont pas porté leurs fruits.

Le couplage des trois approches, ainsi que des discussions et rencontres avec des scientifiques comme des historiens d'art et céramistes, a permis de faire évoluer peu à peu les travaux jusqu'à aboutir à la re-création de décors « verts » et « bruns » dont les reflets métalliques en réflexion spéculaire, peuvent avoir toutes les couleurs du visible.

3. Une « recette »

On peut aujourd'hui fournir aux céramistes des **indications** pour optimiser l'obtention de décors de lustre métallique sur céramique glaçurée. Il s'agit en quelque sorte de l'équivalent des « recettes » contenues dans les traités anciens, l'apport des connaissances actuelles en plus.

1. *Le support céramique :*

- Il doit avant tout avoir un **coefficient de dilatation** proche de celui de la glaçure à employer, tout en étant adapté à l'usage qui doit être fait de l'objet (argile fine pour tournage ou modelage, fritte pour des panneaux légers, ...).

- Sa teinte ne **doit** pas perturber la lisibilité du décor, surtout si la glaçure est transparente.

- Doit permettre une bonne accroche de la glaçure et si possible être cuit en mono-cuisson pour créer un liseré à l'**interface** terre cuite/glaçure ce qui renforcera l'adhérence entre les matériaux.

- Doit être parfaitement **lisse** (par rectification manuelle des défauts avant cuisson) pour que la glaçure est le moins de défauts possibles, ce qui perturberait la lecture du décor en réflexion spéculaire.

2. *La glaçure :*

- Doit être en **adéquation** avec le **support céramique** choisi. En général on adapte la glaçure au support, mais l'inverse peut aussi être pratiqué. Un coefficient de dilation concordant entre les matériaux évite l'arc-boutement de la glaçure et donc les **tressaillures**.

- Être issue d'une **fritte**, ce qui limite les dégazages lors de la cuisson (notamment pour les mono-cuissons).

- Avoir un point de **fusion** relativement **bas** pour permettre le **ramollissement** du premier micromètre d'épaisseur, à basse température (moins de 500°C)

- Être la plus nappante possible pendant la cuisson pour que le résultat après refroidissement soit le plus lisse possible (amélioration de la perception du décor).

- Doit obligatoirement contenir des fondants **alcalins** (Na⁺, K⁺) même en faibles teneurs, car ils sont responsables de l'échange ionique avec les ions métalliques du mélange lustrant.

- Éviter les compositions trop riches en composants qui **limitent la mobilité** des alcalins, (notamment Al₂O₃).

- Dans le cas de re-créations, la glaçure ne doit **pas** contenir de **composants « contemporains »** (ex : zinc comme opacifiant au lieu de l'étain), leur effet n'étant pas connu ou limitant la formation des décors.

- Être **opacifiée** (par de l'étain, un engobe, une couche de quartz...) pour obtenir un support absorbant qui offre une bonne vision du décor en réflexion diffuse et évite la contribution de la teinte du support céramique (fig 135). Travailler avec une glaçure transparente est tout à fait possible, mais le rendu du décor en réflexion décor est différent.

3. Le mélange lustrant comporte :

- Une charge de l'**ocre**, qui donne une consistance au mélange pâteux et le protège de la réoxydation durant la cuisson, grâce au **fer³⁺** quelle contient.
- Des **sels métalliques de cuivre et/ou d'argent**, de préférence sous forme de **sulfures** ou de **métaux grillés avec du soufre**, celui-ci agissant comme un réducteur interne au mélange lustrant. Choisir les sels métalliques, leur teneur relative ($\text{Ag}^{\circ}/\text{Cu}^{\circ}$) en **fonction** de la **couleur** souhaitée en **réflexion diffuse** et de son degré de saturation.

4. Préparer et appliquer le mélange lustrant :

- **Broyer et tamiser** les composés du mélange lustrant même lorsque les poudres employées sont déjà d'une grande finesse. Le broyage est facilité lorsqu'il est réalisé avec un liquide (eau, ...), certains matériaux comme les sulfures ne pouvant facilement être broyés à sec.
- Lier les matériaux avec du **vinaigre** qui va ioniser les éléments métalliques. Bien que des acétates se forment au contact du vinaigre, l'utilisation d'**acétates** n'est **pas recommandée**, la couleur produite en réflexion diffuse étant très peu saturée, contrairement à celle issue des métaux ou sulfures ionisés par le vinaigre (fig 135).
- Appliquer le mélange lustrant (ayant la fluidité d'une peinture), en **couche régulière** et assez fine pour permettre un bon échange ionique durant la cuisson.



Figure n 135 : a. Sur la glaçure semi-transparente on observe en réflexion diffuse un décor vert pâle très peu saturé, fabriqué à base d'acétate d'argent (ph : CRP2A, 2001).

b. Sur la glaçure opaque blanche, le décor vert sombre saturé ressort nettement. Il a été fabriqué à partir de poudre d'argent broyée avec du vinaigre pendant 2 heures (ph : C.Ollagnier, 2007).

5. Le traitement thermique réducteur :

- Employer un **four de petit volume pour réduire efficacement**, qu'il s'agisse d'un four à bois, gaz ou électrique.
- **Montée** en atmosphère strictement **oxydante**.
- Palier **réducteur** entre **500 et 600°C** pour l'**argent** ; **600 et 680°C** pour le **cuivre**. Il en est de même pour les mélanges mixtes, ceux-ci se comportant comme le métal majoritaire de leur composition.

- Essayer de **contrôler au maximum la température** de réduction qui va déterminer la **dimension des colloïdes** et donc la **couleur** en réflexion diffuse (effet des grosses particules) comme spéculaire (principalement les petites).

- La réduction doit être la plus **brève** possible pour éviter tout risque de réoxydation et limiter la coalescence des colloïdes.

- Choisir une **intensité de réduction** adaptée à la couleur souhaitée. Dans le cas des « décors de Kairouan » la réduction a été réalisée sous forme d'alternance de phases plus ou moins réductrices, alors qu'un décor de type « dorado » espagnol est réalisé lors d'une réduction brève et violente.

- **Descente en réduction** (bouchage de toutes les ouvertures du four) par inertie ce qui évite la réoxydation.

4. « L'Homme de Bagdad »

L'étude des décors de lustre métallique monochromes comme polychromes (caractéristiques de la production mésopotamienne des IX-X^{ème} s ap J.C.), permet de se rendre compte de l'importante maîtrise technique que devait posséder « L'Homme de Bagdad » qui a fabriqué les carreaux à décor de lustre métallique de Kairouan. A n'en pas douter, il s'agit d'un « Maître » qui avait plusieurs années d'expérience du four pour atteindre un tel niveau.

Les carreaux monochromes peuvent être produits de manière régulière, contrairement aux carreaux polychromes qui nécessitent une maîtrise de la cuisson réductrice que peu de céramistes ou ateliers possédaient. Il est probable que c'est cette complexité qui a conduit à l'abandon de la polychromie au profit des seuls carreaux monochromes (fig 136) dont la technique a perduré et continue à être pratiquée à petite échelle à l'heure actuelle.



Figure n 136 : Échantillons de re-création réalisés au laboratoire (de G à D : BDX 9643, BDX 10967, BDX 10962, BDX 10972, BDX 10943, BDX 10936 et BDX 10966). Les teintes obtenues en réflexion diffuse vont du vert clair au brun foncé selon les teneurs en cuivre. La teinte des reflets métallique dépendra non pas de la nature des métaux, mais de la dimension des particules métalliques de chaque zone de décor.

Il est vraisemblable de penser que nous nous sommes rapprochés, par nos tâtonnements et essais méthodiques du « secret » de « l'Homme de Bagdad », patrimoine immatériel... C'était notre ambition.

II. Bibliographie

- AFSHAR I.**, 2000, *Javaher-Name-ye Nezami, Nasir al-Din Tusi, philosophe et savant du XIII^e siècle* – études réunies et présentées par N. POURJAVADY et Z. VESEL. Actes du Colloque tenu à l'Université de Téhéran, 6-9 mars 1997. Ed. Institut français de recherche en Iran, Presses Universitaires d'Iran, Bibliothèque iranienne 54, Téhéran. p. 152 à 165.
- AFSHAR, I.**, 1966, *Arâyes al-javâher va Nafâyes al-Atâyeb (Édition critique du traité d'Abu'l Qasim)*, Téhéran.
- AHMED A.A., ABD ALLAH E.W.**, 1995, Origin of absorption bands observed in the spectra of silver ion-exchanged soda-lime-silica glass, *Journal of American Ceramics Society*, 78, 10, 2777-2784.
- AHMED, A.A., ABD ALLAH, E.W.**, 1997, Effect of ion exchange and heat treatment condition on the diffusion of silver into a soda-lime silica glass, *Physics and Chemistry of Glasses*, 38, 1, 42-50.
- AL-HASSAN A.Y., HILL D.R.**, 1991, *Sciences et techniques en Islam, une histoire illustrée*, EDIFRA/UNESCO, Paris, 300 p.
- ALLAN J.W.**, 1973, Abu'l Qasim's treatise on ceramics, *Iran*, 11, 111-120.
- AMIGUES, F.**, 1984, *La céramique émaillée : témoin des relations entre le Languedoc-Roussillon, la Catalogne et le pays valencien (XIV^e, XV^e et XVI^e siècles)*. Tome 1 (408 p.) et tome 2, 248 p.
- AMINOV B.**, 2007, *Communication privée*.
- AMINOV B.**, 2008, *Communication privée*.
- ANNEQUIN, C.**, 1992, *Étude et modélisation de l'échange ionique Ag⁺/Na⁺ dans des verres à base d'oxydes*, Thèse de l'Institut National Polytechnique de Grenoble.
- ARAUJO, R.**, 1992, Colorless glasses containing ion-exchange silver, *Applied Optics*, 31, 25, 5221-5224.
- AUGER, P.L., NAJAFI, S.I.**, 1994, Potassium and silver double ion exchanged slab glass waveguide: characterization and modelling, *Applied Optics*, 33, 16, 3333-3337.
- BAGHERZADEH F.**, 2001, *Communication privée (21 septembre 2001)*.
- BAMFORD C.R.**, 1961, A study of magnetic properties of iron in the relation to its colouring action in glass, part 3- Iron in sodium silicate glasses; and the sulphur-amber coloration, in *Physics and chemistry of glasses*, Vol.2, N°5 October, p163-168.
- BAMFORD, C.R.**, 1977, *Glass science and technology, 2 - Colour generation a control in glass*, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam, Oxford, New York, 88-164.
- BARRY M., MICHAUD R. et S.**, 1995, *Faïences d'azur*, Imprimerie Nationale, 313 p.
- BECHTEL F. et SCHVOERER M.**, 1984, « *La cathodoluminescence. Application à l'étude de la texture des pâtes céramiques* » in *Datation caractérisation des céramiques anciennes*, cours postgradué européen I, Éditions du CNRS, Paris.
- BEN AMARA A.**, 2002, *Céramiques glaçurées de l'espace méditerranéen (IX^{ème}- XVII^{ème} siècles ap-J.-C.) Matériaux, Techniques et Altération*. Mémoire de Thèse, Thèse de Doctorat en Physique appliquée à l'archéologie, Université Michel de Montaigne Bordeaux 3, 318 p.
- BERGE M.**, 1978, *Les Arabes : Histoire et civilisation des Arabes et du monde musulman des origines à la chute du royaume de Grenade racontée par les témoins IX^e siècle – XV^e siècle ap J.C.*, Éditions Lidis, Paris, p 396
- BERGER, A.**, 1992, Concentration and size depth profile of colloidal silver particles in glass surface produced by sodium-silver ions exchange, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 151, 88-94.
- BERNUS-TAYLOR M.**, *Les Arts de l'islam, réunion des musées nationaux*, 2001.
- BILLAUD P.**, 2006, *Propriétés Optiques de Nanoparticules Uniques de Métaux Nobles*, Thèse de Doctorat en Physique, Université Claude Bernard Lyon 1, 240 p.
- BJÖRNESJÖ, S.**, 1997, Approche archéologique d'une céramique de "luxe" : la céramique à lustre métallique dans l'Égypte Fatimide, *La céramique Médiévale en Méditerranée, Actes du VI^{ème} colloque de l'AIECM2*, Aix-en-Provence, 13-18 novembre 1995, 271-275.
- BOBIN O.**, 2001, *Propriétés optiques de nanoparticules de cuivre et d'argent dans des matrices silicatées. Application aux Archéomatériaux : céramiques glaçurées à décor de lustre métallique du IX^e siècle – Grande Mosquée de Kairouan – Tunisie*, Thèse de Doctorat en Physique appliquée à l'archéologie, Université Michel de Montaigne Bordeaux 3, 341 p.
- BOBIN O., SCHVOERER M., MIANE J.L., FABRE J.F., GUETTE A., LABRUGERE C., LAHAYE M.**, 2001, The metallic lustre of glazed ceramics: interpretation of the in-scattered-light optical properties. One theoretical approach, *Proceeding of the 6th European Meeting on Ancient ceramics*, Fribourg 3-6 October 2001, 19-24.

- BOBIN O., SCHVOERER M., NEY C., RAMMAH M., PANNEQUIN B., CILIA PLATAMONE E., DAOULATLI M., GAYRAUD R.P.**, 2003a, Where did the lustre tiles of the Sidi Oqba mosque (AD 836-63) in Kairouan come from ? *Archaeometry* 45, 4.
- BOBIN O., SCHVOERER M., NEY C., RAMMAH M., PANNEQUIN B., CILIA PLATAMONE E., DAOULATLI A., GAYRAUD, R.P.** 2003b, The role of copper and silver in the colouration of metallic lustre decoration (Tunisia – 9th century, Mesopotamia – 10th century, Sicily – 16th century). A first approach, *Color Research and Application*, 28, 5, 352-359.
- BOBIN, O., SCHVOERER M., MIANE J.L., FABRE, J.F.** 2003, Coloured metallic shine associated to lustre decoration of the glazed ceramics: a theoretical analysis of the optical properties, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 332, 28-34.
- BOJANI G C.**, 1999, Vitalità perenne del lustro, *Mostra, Gubbio, 25 settembre 1999 - 30 aprile 2000, Museo di Torre di Porta romana*, Centro Di, Firenze, 94 p.
- BON P.**, 1993, Les premiers carreaux de faïence bleus, *Archeologia*, 288, 60-66.
- BOHREN C.F.**, et **HUFFMAN D.R.**, 2004, *Absorption and scattering of light by small particles*, Wiley-Vcu, Weinheim, 530 p.
- BOSWORTH C.E.**, 1996, *Les dynasties musulmanes*, Actes Sud, 334 p.
- BOUVIER, J-M.**, 2010, *Communication privée*
- BRILL E.J.**, 1993, *Encyclopédie de l'Islam*, Nouvelle édition, Tomes I à X, Éditions G.-P. Maisonneuve & Larose S.A., Paris
- BRILL R.H.**, 1970, Chemical studies of Islamic Lustre and Glass in *Scientific Methods in Medieval Archaeology*, ed. R.Berger, University of California Press, p351-377.
- BRISTOL'S MUSEUM, Galleries & Archives** : <http://www.bristol.gov.uk/ccm/content/Leisure-Culture/Museums-Galleries/museum-of-bristol.en>
- BRUN N**, 1991, *Étude de verres opaques celtiques et gallo-romains*, Thèse de Doctorat, Université de Paris-Sud, 160 p.
- CAIGER-SMITH, A.**, 1989, *Lustre pottery techniques, tradition and innovation in Islamic and western world*, Faber and Faber, London, 246 p
- CALADO M., BOBIN O., VOELEKL P., NEY C., SCHVOERER M.**, 2003, Rencontre avec l'artisanat : comment partager un savoir-faire ? *Rapport terminal du programme européen PACT Archi-Med Glaçures*, FP5-ICA 3 CT 1999 00002, Réseau Européen PACT-FER, p33-40
- CARDINAL T**, 2006, *Communication privée*
- CARDINAL T**, 2007, *Communication privée*
- CERADEL.**, 2003, *Fiche technique sur les lustres Schjerning*, 5 p.
- CHABANNE D.**, 2005, *Le décor de lustre métallique des céramiques glaçurées (IXème-XVIIème siècles), Matériaux, couleurs et techniques, Principales étapes de diffusion d'une invention mésopotamienne*, Thèse de Doctorat en Physique appliquée à l'archéologie, Université Michel de Montaigne Bordeaux 3, 238 p.
- CILIA PLATAMONE E., FIORILLA S.**, 1997, Ceramiche a lustro del museo regionale della ceramica di Caltagirone, *La ceramica médiévale en Méditerranée*, Aix-en-Provence 1995, Actes du 6^{ème} congrès de l'AIECM2, 475-478.
- COLLECTIF**, 2008, *Reflets d'or : D'Orient en Occident, la céramique lustrée IX-XVe siècle*, Catalogue d'Exposition du Musée de Cluny, RMN, 127 P.
- COLLECTIF**, 2002, *Le Calife, le prince et le potier*, Catalogue d'Exposition du Musée des Beaux-Arts de Lyon, Réunion des Musées Nationaux, 279 p.
- COLLECTIF**, 2004, *Les nanomatériaux, un rôle grandissant dans l'industrie, Étude réalisée par Développement et Conseil pour le compte du MINEFI / DIGITIP / SIMAP, synthèse*, MINEFI, 112 p.
- COLLECTIF**, 2009, *Encyclopedia Universalis*, <http://www.universalis.fr/>
- COLOMBAN P.**, 2004, Secrets retrouvés du lustre Abbasside, *La revue de la céramique et du verre*, 139, pp13-19, décembre/novembre
- DARQUE-CERETTI E.**, 2003, *Du film continu au granulaire, couleur*, École interdisciplinaire sur la couleur des métaux : le métal, Du 17 mars au 21 mars. École de Printemps 2003 – Roussillon, 5 p.
- DAYTON J.E., BOWLES J.**, 1977, *Abu Qasim of Kashan, and the problem of Persian Glazing*, Instituto Orientale di Napoli, 37, p. 143-152.
- DELIUS P.**, 2000, *Arts et Civilisations de l'Islam*, Könemann, 540 p.
- DUBERNET S.**, 1997, *Défauts ponctuels dans les silicates. Élaboration, coloration, altération de verres archéologiques. Caractérisation de défauts ponctuels dans un luminophore silicate*, Thèse de Doctorat en Physique appliquée à l'archéologie, Université Michel de Montaigne Bordeaux 3, 245 p.
- EDWARDS, R.J., PAUL, A., DOUGLAS, R.W.**, 1972, Spectroscopy and oxydo-reduction of iron and copper in Na₂O-PbO-SiO₂ glasses, *Physics and Chemistry of Glasses*, 13, 5, 131-136.
- EL MARRAKI A.**, 1998, *Défauts ponctuels et luminescence de cristaux de dévitrification : détection et étude dans des glaçures archéologiques*. Thèse de Doctorat en Physique appliquée à l'archéologie, Université Michel de Montaigne Bordeaux 3, 280 p.

- ETTINGHAUSSEN R.**, 1968, Evidence for the identification of Kashan pottery, *Ars Islamica*, VIII, New York.
- FATAWAISLAM**, 2010, Site de l'Association Aux Sources de l'Islam expliquant les différents aspects de la religion musulmane (en français) : http://www.fatawaislam.com/index.php?Itemid=1051&id=822&option=com_content&task=view
- FELLINGER G.**, 2007, Commerce de l'art et échanges d'objets au Moyen Âge en Méditerranée : le point sur la question, in *Espaces et Réseaux en Méditerranée, VI^e-XVI^e siècle, vol I, La configuration des réseaux*, Éditions Bouchène, 237-251.
- FERRARI, M., GRATTON, L.M., MADDALENA, A., MONTAGNA, M., TOSELLO, C.**, 1995, Preparation of silver nanoparticles in silica film by combined thermal and electron-beam deposition, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 191, 101-106.
- FERRO COULEURS**, 2003, *Documentation sur les organométalliques pour céramiques, verres et porcelaine*, 10 p.
- FOREST D.**, 2000, *Les Massier ou l'introduction de la céramique artistique sur la Côte-d'Azur*, Réunion des Musées Nationaux, 183 p.
- FOUCAULT A., RAOULT J-F.**, 1997, *Dictionnaire de géologie*, 4^{ème} Ed, Masson Éditeurs, Paris, 324 p.
- FRANCHI R., TONGHINI G., PALOSCHI F., SOLDI M.**, 1996, Medieval Syrian Fritware Materials and Manufacturing Technique, *The Ceramics Cultural Heritage*, Academy of Ceramics, Faenza, 197-205.
- GAYRAUD R-P.**, 1997, Les céramiques égyptiennes à glaçure, IX-XII^{ème} siècles in *La Céramique Médiévale en méditerranéenne*, Actes du 6^{ème} Congrès, Aix en Provence, p 261-270.
- GAYRAUD, R.P.**, 1986-1996, Rapport de Fouilles d'Istabl'Antar (Fostat), *Annales islamologiques*, IFAO, Le Caire.
- GHOUCHANI A.**, 1999, *Persian poetry on the tiles of Takht-i Sulayman (13th. Century)*, Iran University Press, 115 p.
- GIBSON M.**, 2005, *19th century lusterware*, Antique Collector's Club Ltd, Woodbridge, 192 p.
- GÓMEZ MORENO M.**, 1940, *La loza dorada primitiva de Málaga*, Madrid : Escuela de estudios árabes.
- GONELLA F., QUARANTA A., PADOVANI S., SADA C., D'ACAPITO F., MAURIZIO C., BATTAGLIN G., CATTARUZZA E.**, 2005, Copper diffusion in ion-exchanged soda-lime glass, *Appl. Phys. A*, **81**, 1065–1071
- GONELLA, F., CACCAVALE, F., BOGOMOLOVA, L.D., D'ACAPITO, F., QUANRANTA, A.**, 1998, Experimental study of copper-alkali ion exchange in glass, *Journal of Applied Physics*, **83**, 3, 1200-1206.
- GRATUZE B, SOULIER I, BARRANDON J.N, FOY D.**, 1992, De l'origine du cobalt dans les verres, *Revue d'archéométrie*, n°16, 1992, pp 97-108.
- GRECIAS P., TEJEDOR V.**, 2006, *Chimie : 2e année : MP*, MP - PT*, PT*, Éd. Tec & Doc, Paris, 307 p.
- GREINER WRONOWA E.**, 2006, *Communication privée*.
- GRUBE E.J.**, 1995, *Cobalt and Lustre, The first centuries of Islamic pottery*, Khalili Collections, 348 p.
- HALLEUX R.**, 2006, *Communication privée*.
- HASEBE M.**, 1993, *L'art du céramiste japonais Kato Takuo, splendeur persane*, Catalogue d'exposition, Ashahi Shinbun, Tokyo, Japon, 100 p.
- HOFMEISTER H., DUBIEL M., GOJ H., THIEL S.**, 1995, Microstructural investigation of colloidal silver embedded in glass, *Journal of Microscopy*, **177**, 3, 331-336.
- HOSONO, H., FUKUSHIMA, H., ABE, Y, WEEKS, R.A., ZUHR, R.A.**, 1992, Cross-sectional TEM observation of copper-implanted SiO₂ glass, *Journal of Non-Crystalline Solids*, **143**, 2-3, 157-161.
- HOUDE-WALTER, S.N., INMAN, J.M., DENT, A.J., GREAVES, G.N.**, 1993, Sodium and silver environments and ion-exchange processes in silicate and aluminosilicate glasses, *Journal of Physical Chemistry*, **97**, 9330-9336.
- KATO N., NAKAI I., SHINDO Y.**, 2007, Chemical Analyses of Islamic Plant-ash Glass Found in the Rāya/al Tur Area, in *Archaeological Survey of the Rāya/al-Tūr Area on the Sinai Peninsula, Egypt, 2007, The Second Japanese-Kuwaiti Archaeological Expedition (2007)*, p 69-79.
- KATO T.**, 1982, *Rastha-Saitou*, Shogakukan, Tokyo, 189 p.
- KELLY K.L., JUDD D.B.**, 1976, *Color - Universal Color Language and Dictionary of Color Names*, National Bureau of Standards, Special Publication 440.
- KENNET D.**, 2004, Sasanian and Islamic Pottery from Ras al-Khaimah, Classification, chronology and analysis of trade in the Western Indian Ocean, *Society for Arabian Studies Monographs No.1*, BAR International Series, **1248**, p 41.
- KERVAN M.**, 1977, Les niveaux islamiques du secteur oriental du tepe de l'Apadana – II. Le matériel céramique, *Cahiers de la D.A.F.I.*, 75-161.
- KOBEI GAMA CO**, 2009, site de l'atelier de la famille Kato, le Kobei Gama Co (en japonais) : <http://www.kobei-gama.co.jp/>
- KOH M.**, 2006, La céramique de Takuo Kato, *Ceramics of the Silk Road the Art of KATO Takuo*, Museum of Modern Ceramic Art, Gifu, 132 p.
- KOWALSKI P.**, 1978, *Vision et mesure de la couleur*, Mason, p 137-189.

- KUNDU, D., HONMA, I., KOMIYAMA, H.**, 1994, Preparation and optical nonlinear property of Sol-Gel derived Cu-SiO₂ thin film, *Journal of the American Ceramics Society*, 77, 4, 1110-1112.
- KURT N.**, 1980, L'origine de la couleur, *Pour la science*, n°38
- LAFAIT J.**, 2003, *La fonction métallique*, École interdisciplinaire sur la couleur des métaux : le métal, Du 17 mars au 21 mars. Ecole de Printemps 2003 – Roussillon
- LAJARTE de, S. de**, 1979, Les verres colorés, *L'actualité chimique*, octobre, 30-36.
- LAMM C.J.**, 1941, *Oriental Glass and the early History of lustre Painting*, Stockholm.
- LANE A.**, 1947, *Early Islamic pottery: Mesopotamia, Egypt and Persia*, Faber and Faber, London, 2-16, 37-40.
- LAUTIER C., SANDRON D.**, 2008, *Antoine de Pise : L'art du vitrail vers 1400*, CTHS, 382 p.
- LEE D.I., LEE Y.K., LEE H.S.**, 1992, Effect of silver and potassium ion on ion exchange in float glass, *Journal of Material Science*, 27, 2908-2913.
- LEE J.D.**, 1979, *Précis de chimie minérale*, Dunod, p 217.
- LEUTHOLD E.**, 1995, Dirham dei califfi Abbasidi e dei dinasti Hamdanidi - Buwayhidi - Samanidi, Milan, 21 p.
- LIDE D. R.**, 1996, *Handbook of chemistry and physics*, 77th edition, CRC Press
- MAGRUDER III, R.H., HAGLUND, R.F., YANG, L., WITTIG, J.E., ZUHR, R.A.**, 1994, *Physical and optical properties of Cu nanoclusters fabricated by ion implantation in fused silica*, *Journal of Applied Optics*, 76, 2, 708-715.
- MARABOTTI A.M.**, 1982, *Maioliche umbre decorate a lustro*, Florence, 180 p.
- MARÇAIS G.**, 1913, *Les poteries et faïences de la Qal'a des Beni Hammad (XI^{ème} s.) - Contribution à l'étude de la céramique musulmane*, Constantine.
- MARÇAIS G.**, 1928, *Les faïences à reflets métalliques de la grande mosquée de Kairouan*, T.IV, Paris.
- MARHABA S.**, 2008, *Influence de la morphologie sur les propriétés optiques de nano-objets métalliques uniques*, Thèse de Doctorat en Physique, Université Claude Bernard Lyon 1, 230 p.
- MARQUEZ, H., SALAZAR, D., VILLALOBOS, A., PAEZ, G., RINCON, J.Ma.**, 1995, Experimental study of Cu⁺-Na⁺ exchanged glass waveguides, *Applied Optics*, 34, 25, 5817-5822.
- MASON R.B.**, 2004, *Shine like the sun: lustre-Painted and Associated Pottery from the Medieval Middle east*, Mazda Pub, Toronto, 230 p.
- MASSUE J-P.**, 2002, Dire le risque, *Actes du Congrès International de l'Accord Intergouvernemental Partiel Ouvert du Conseil de l'Europe « Risques majeurs »*, Montpellier, 777 p.
- MESQUIDA GARCÍA M.**, 2002, *La Cerámica de Paterna, Reflejos del Mediterráneo*, Catalogue d'Exposition, del 17 de Junio al 21 de Julio de 2002, Instituto Cervantes de Bruselas, Ed. Generalitat Valenciana.
- MESQUIDA GARCÍA, M.**, 2001, *La Cerámica Dorada, quinientos años de su producción en paterna*, Ayuntamiento de Paterna, Concejalía de Cultura.
- MESQUIDA GARCÍA, M., LÓPEZ PERIS, J.E., PRADES, S., SMOLKA, R.**, 2001, *Las Ollerías de Paterna, tecnología y producción, volumen 1, siglos XII y XIII*, Ayuntamiento de Paterna, Concejalía de Cultura.
- MIE, G.**, 1908, Beiträge zur optik trüber medienspeziell kolloidaler metallösungen, *Annalen der Physik*, 25, 377-445.
- MIGEON G.**, 1927, *Manuel d'art musulman, Arts plastiques et industriels*, 2^{ème} édition, Syria, Vol 8, 8-4
- MINEA T.**, 2005, Les nanotechnologies : du fondamental aux applications, in *10-9 : la revue des nanosciences & des nanotechnologies*, N 1, Edition Techniques de l'ingénieur, p 23-35.
- MIOTELLO A., BONELLI M., DE MARCHI G., MATTEI G., MAZZOLDI P., C. SADA C., GONELLA F.**, 2001, Formation of silver nanoclusters by excimer-laser interaction in silver-exchanged soda-lime glass, *Applied Physics Letters*, 79, 2456-2458.
- MORRISON M.**, 2007, *Tenth Nanoforum Report: Nanotechnology and Civil Security, June 2007*, Nanoforum, Düsseldorf, Germany, 64 p.
- MUSEUM OF MODERN CERAMIC ART**, 2006, *Ceramics of the Silk Road the Art of KATO Takuo*, Museum of Modern Ceramic Art, Gifu, 183 p.
- NEY C., MESQUIDA M., BOBIN O., CHABANNE D., SCHVOERER M.**, 2003, Exposition : comment faire découvrir le concept de décor de lustre métallique à un large public ?, *Rapport terminal du programme européen PACT Archi-Med Glaçures*, FP5-ICA 3 CT 1999 00002, Réseau Européen PACT-FER, p27-32
- NORTHEGE A.**, 2001, Thoughts on the Introduction of Polychrome Glazed Pottery, in *La céramique byzantine et proto-islamique en Syrie-Jordanie (IV^e-VIII^e siècles apr J.-C.)*, Actes du colloque tenu à Amman les 3, 4 et 5 décembre 1994, Beyrouth : Institut Français d'Archéologie du Proche-Orient, p 207-214.
- OLLAGNIER C., SCHVOERER M., NEY C., RAMMAH M.**, Sous presse, *Recreation of metallic lustre decorations on glazed ceramics: A rediscovered and explained medieval nanotechnology*, Actes de International Seminar on Conservation of Glazed Ceramic Tiles – research and practice, Lisbon. April 15-16 2009.

- OREL B., SVEGL F, BUKOVEE N., KOSEK M.**, 1993, Structural and optical characterization of CuO particles solid films and the corresponding gels and xerogels, *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol 159, p. 49-64.
- OVEN R., MYIN M. DAVIES P. A.**, 2004, Characterization of planar optical waveguides formed by copper–sodium, electric field assisted, ion exchange in glass, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 37, 2207–2215.
- PADOVANI S., BORGIA I., BRUNETTE B., SGAMELLOTTI A., GIULIVI A., D'ACAPITO F., MAZZOLDI P., SADA C., BATTAGLIN G.**, 2004, Silver and copper nanoclusters in the lustre decoration of Italian Renaissance pottery: an EXAFS study *Appl. Phys. A*, 79, 229–233
- PEREZ CAMPS J.**, 1998, *El reflejo de Manises en los siglos XIX y XX*, Centro Cultural La Beneficencia Valencia.
- PICCOLPASSO C.C.**, 1558, *The three books of the potter's art*, Victoria and Albert museum.
- POPE A.U.**, 1939, *A survey of Persian Art*, 6 volumes, Oxford.
- PORTER V**, 1995, *Islamic tiles*, the British Museum Press, London.
- PORTER, Y**, 2003 Les techniques du lustre métallique d'après le Jowhar-Nâme-ye Nezami (1196 AD), *Actes du VIIème Congrès International sur le Céramique Médiévale en Méditerranée, Thessaloniki, 11-16 octobre 1999, Ministère de la culture, Athènes 2003*.
- PRADELL T., MOLERA J, VENDRELL M., PEREZ-ARANTEGUI J., PANTOS E., ROBERTS M., DIMICHEL M.**, 2004, Role of cinnabar in luster production, *J. Am. Ceram. Soc.*, 87, 6, 1018–1023
- PRADELL T., MOLERA J., BAYES C., ROURA P.**, 2006, Luster decoration of ceramics: mechanisms of metallic luster formation, *Appl. Phys. A*, 83, 203–208
- REILLON V.**, 2008, *Caractérisation et modélisation des propriétés optiques et colorimétriques des céramiques lustrées*, Thèse de Doctorat en Physique, Université Pierre et Marie Curie Paris 6, 240 p.
- RHODES D.**, 2006, *Terres & glaçures : Les techniques de l'émaillage*, Dessain et Tolra, 223 p.
- RIAÑO Y MONTERO J.F.**, 1879, *The industrial arts in Spain*, Chapman and Hall, London, 276 p.
- RIFFAULT, TOUSSAINT, VERGNAUD, MALEPEYRE**, 1919, *Nouveau manuel complet du peintre en bâtiments, vernisseur, vitrier et couleur de papiers de tenture contenant les procédés les plus nouveaux et les plus usités dans ces différents arts. Ouvrage utile aux ouvriers qui exercent ces professions et aux propriétaires qui veulent décorer ou entretenir eux-mêmes leurs habitations*, Paris, Librairie Encyclopédie Roret, 451 p.
- RITTER, H., RUSKA, R., WINDERLICH, R.**, 1935, Eine persische beschreibung der fayencetechnik von Kashan aus dem jahre 700 h/1301 d., *Istanbuler Mitteilungen*, 3, 16-48.
- ROUHFAR Z**, 2004, *Communication privée*.
- ROY, S., CHAKRAVORTY, D.**, 1994, Electrical properties of sol-gel derived glass-metal nanocomposites, *Journal of Physic: Condensed Matter*, 6, 8599-8605.
- SALADIN H**, 1908, *Tunis et Kairouan*, H. Laurens Ed., 98-140.
- SARKAR, P., KUMAR, J., CHAKRAVORTY, D.**, 1983, *Microstructure and optical absorption of silver granules in oxide glasses produced by ion-exchange and reduction treatments*, *Journal of Materials Science*, 18, 250-256.
- SARRE, F.**, 1925, *Die Keramik von Samarra*, Berlin, 39.
- SCANLON G. and PINDER WILSON R.**, 2001, *Fustat Glass of the Early Islamic period – Finds excavated by the American research center in Egypt, 1964-1980*, Altajir Word of Islam Trust, Londres.
- SCHOLZE, H.**, 1980, *Le verre, nature, structure et propriétés*, Institut du verre, Paris, 196-207.
- SCHVOERER M.**, 2004, *Quarante jours sur les routes de la soie*, Réseau européen PACT-FER, Bordeaux, 93 p.
- SCHVOERER M.**, 2009, Archi-Med glaçures. Composite archaeomaterials, glass ceramic, of architecture in Mediterranean space; In *Preserving our heritage, improving our environment, Vol II : Cultural heritage research : FP5, FP6 and related projects*. European Commission, Research DG, Ed. Michel Chapuis, 172-173.
- SCHVOERER M., BECHTEL F., NEY C., BOBIN O., DAOULATLI A. et RAMMAH M.**, 1998, Glaçures de l'Espace méditerranéen : métallescence colorée et décor de lustre métallique, *EURO-MED Workshop on Contribution of Science and Technology to the presentation of Cultural Heritage in the Mediterranean Basin*, Carthage 9-15 juin 1997, Ed. Conseil de l'Europe, Université de Barcelone et INP Tunis.
- SCHVOERER M., EL MARRAKI A., OLLAGNIER C.**, 2009, *Dissolution d'une argile par un verre et conséquences sur la texture de céramiques glaçurées*, Troisième Symposium Maghrébin sur les Argiles, Boumerdès, 23-25 novembre 2009
- SCHVOERER M., NEY C., BEN AMARA A., BOBIN O.**, 2001, La couleur bleue de l'Asie Centrale, *Archéologia*, 377, 8-9
- SCHVOERER M., NEY C., BOBIN O., BEN AMARA A., MIANE J.L.**, 1999, Une énigme technologique de l'Islam médiéval. Décor de lustre métallique sur céramique glaçurée, *SEMA, Le courrier des métiers d'art*, 183, 22-23.

- SCHVOERER M., NEY C., PEDUTO P.**, 2005, *Décor de lustre métallique et céramique glaçurée*, Centro Universitario Europeo Per I Beni Culturali, Ravello, Scienze e materiali del patrimonio culturale, 7 Edipuglia, Bari, 144 p.
- SCHVOERER, M., GUIBERT, P., PIPONNIER, D., BECHTEL, F.**, 1986, Cathodoluminescence des matériaux archéologiques, *PACT 15*, Conseil de l'Europe Strasbourg, 93-110.
- SCIAU P., MIRGUET C., ROUCAU C., CHABANNE D., SCHVOERER M.**, 2009, Double Nanoparticle Layer in a 12th Century Lustreware Decoration: Accident or Technological Mastery?, *Journal of Nano Research*, Vol. 8, p 133-139.
- SHELBY, J.E., VITKO, Jr. J.**, 1982, *Colloidal silver formation at the surface of float glass*, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 50, 107-117.
- SHINDO Y.**, 2005, Islamic luster-stained glass from Raya between the ninth and tenth centuries, in *Annales du 16e Congrès de l'Association Internationale pour l'Histoire du Verre*, London 2003, AIHV, Nottingham, p 174-177
- SMART CONSEILS**, 2009, Site d'aide sur la céramique (en français) <http://pagesperso-orange.fr/smart2000/>
- SOLON M.L.**, 1907, The Lustered Tile Pavement of the Palais de Justice of Poitiers, *The Burlington Magazine for Connoisseurs*, 12, 56., p 83-86.
- SOUSTIEL. J.**, 1985, *La céramique islamique*, ed Office du Livre SA, Fribourg, 426p
- SPIRKOVA J., TRESNAKOVA-NEBOLOVA P., MIKA M.**, 2004, Optical waveguides fabricated by transition element ions exchange in some commercial and special optical glasses, *Optical Materials*, 25, 101-107.
- STARK D.**, 2007, *Nanotechnology in Europe - Ensuring the EU Competes Effectively on the World Stage, 21st June 2007*, Nanoforum, Düsseldorf, Germany, 65 p.
- STEVENS KALCEFF A., PHILLIPS R.**, 1995, Cathodoluminescence microcharacterization of the defect structure of quartz, *Phys. Rev. B*, 52, p 3122 - 3134
- SUENAGA S., SUETSUNA T., HARADA K., FUKASAWA T.**, 2004, In Situ Formation of Metal Nanoparticles on Ceramic Surface, *J. Am. Ceram. Soc.*, **87**, 963-966
- TANIICHI T.**, 2006, *Ceramics of the Silk Road the Art of KATO Takuo*, Museum of Modern Ceramic Art, Gifu, 183 p.
- TERRIEN C.**, 2008, *Communication privée*
- UNESCO**, 2008, *Informations relatives au patrimoine culturel immatériel du Japon (français)* : <http://www.unesco.org/culture/ich/index.php?cp=JP&topic=lht>.
- UNESCO**, 2009, *Minaret et vestiges archéologiques de Djam., Word Heritage Center (en français)* : <http://whc.unesco.org/fr/list/211>
- VALLEE F.**, 2007, *Communication privée*
- VESEL Z, AFSHAR I., MOHEBBI P.**, 2000, Le livre des pierres pour Nezam [al molk] « Javaher-Name-ye Nezami » : la source présumée du Tansukh-name-ye ilkhani de Tusi. *Nasir al-Din Tusi, philosophe et savant du XIII^e siècle*, Actes du Colloque tenu à l'Université de Téhéran, 6-9 mars 1997. Ed. Institut français de recherche en Iran, Presses Universitaires d'Iran, Bibliothèque iranienne 54, Téhéran. p. 145 à 150.
- W.C. HERAEUS**, 2008, *Communication privée*
- WANG, P., ZHANG, L., TAO, Y., WANG, C.**, 1997, Thermal behavior of silver ion-exchanged soda-lime glasses, *Journal of the American Ceramics Society*, 80, 9, 2285-2293.
- WATSON O.**, 1985, *Persian lustre ware*, Faber and Faber, London, 22-37
- WAUTELET M.**, 2005, Les nanotechnologies : du fondamental aux applications, in *10-9 : la revue des nanosciences & des nanotechnologies*, N 1, Edition Techniques de l'ingénieur, p 5-13.
- WILLIAMS R.A.**, 1994, *Colloid and surface engineering, Application in the process industry*, Butterworth-Heinemann Editions, Oxford, 345 p.

III. Glossaire

Abbassides : dynastie de califes arabes qui gouverna le monde musulman de 750 à 1258 ap J.C. Ils déplacèrent l'ancienne capitale de Syrie, dans une nouvelle ville de Mésopotamie : Bagdad.

Acide acétique : acide naturellement présent dans le vinaigre.

Acide oxalique : acide organique (présent dans la groseille, la betterave, etc.) utilisé comme mordant (coloration) dans l'industrie du cuir, du papier, etc.

Acide tartrique : cristaux transparents incolores solubles dans l'eau que l'on trouve naturellement dans de nombreuses plantes. C'est le principal acide du vin.

Ak Saray : « Palais Blanc » élevé à Shahr-i-Sabz en Ouzbékistan par Timour entre 1380 et 1404 ap J.C. Il n'en reste plus aujourd'hui qu'un portail de 44 m de haut (71 m à l'origine) et 600 m² de pavements de céramiques glaçurées.

Alcorit : non commercial d'un matériau réfractaire composé d'alumine et de cordiérite. La cordiérite est un silicate d'aluminium $Al_3(Mg, Fe^{2+}) [Si_5 AlO_{18}]$.

Analyse Thermique Différentielle : consiste à suivre l'évolution de la différence de température entre l'échantillon étudié et un corps témoin inerte. Elle permet la détection de changements de phases avec la variation de la température.

Analyse Thermo-gravimétrique : elle permet de mesurer les variations de masse d'un échantillon au cours de son chauffage.

Arche de cuisson : four permettant d'éviter les chocs thermiques au verre qui vient d'être façonné en maintenant puis en abaissant progressivement la température de la pièce.

Archivolte : ensemble des voussures (élément courbe qui surmonte l'arc d'encadrement) d'une baie, d'un arc ou d'une porte.

Argile naturelle/industrielle : l'argile dite « naturelle », est sortie d'une carrière puis lavée pour retirer les impuretés et les dégraissants de diamètre trop important. Une argile « industrielle » est composée d'une ou plusieurs argiles naturelles qui sont triées, lavées, mélangées et souvent désaérées. Les dégraissants quelle contient peuvent être soit calibrés, soit remplacés par d'autres en fonction des propriétés souhaitées.

Bagdad : ville fondée au VIII^{ème} s ap J.C. par le calife abbasside Al-Mansur pour devenir sa capitale. La cité fut construite de manière circulaire ou chaque tribu/clan avait une partie qui lui était réservée. Elle devint rapidement un important centre politique, culturel et religieux.

Basra / Bassora : ville d'Irak située dans l'estuaire commun du Tigre et de l'Euphrate, à 550 km de Bagdad. Elle fut un important centre religieux sous les abbassides.

Céladon : type de céramique d'origine chinoise signifiant "porcelaine verte" que l'on trouve à partir du X^{ème} s ap J.C. Cette production caractérisée par une glaçure dont la couleur va du gris au vert, est réalisée par réduction du fer contenu dans la glaçure.

Céramique d'usage : nom donné à la céramique utilisée en tant que vaisselle de table, récipients, etc. Ce terme est opposé à celui de céramique architecturale.

Coefficient de dilatation thermique : coefficient de dilatation des matériaux qui peut être calculé mathématiquement ou à l'aide d'un dilatomètre. Les fournisseurs d'argiles et glaçures indiquent parfois ces coefficients.

Colombin : cylindre de terre crue ou de fritte utilisé pour former des céramiques ou pour rajouter des éléments à un objet déjà façonné (ex : anse).

Coufique / kufique : style de calligraphie arabe, développé à partir du IX^{ème} ap J.C. Sous une forme modifiée, plus carrée, on le retrouve sur de nombreux monuments, notamment en Asie Centrale.

CREMEM : Centre de Ressources en Microscopie Électronique et Microanalyse, service commun de l'Université de Bordeaux 1. Le centre est équipé de plusieurs TEM et MEB et collabore avec de nombreuses structures de recherche et entreprises.

Digramme d'Ellingham : diagramme qui permet de prévoir l'équilibre entre un métal et ses oxydes en fonction de la température et de la pression.

Écriture cursive : se dit d'une graphie ayant un tracé rapide résultant de la simplification d'écritures calligraphiées complexes.

Fatimides : dynastie musulmane originaire d'Ifrîqiyya (Tunisie) qui a régné en Afrique du Nord (909-1048 ap J.C.) et en Égypte (969-1171 ap J.C.).

Flamme directe : four dont les flammes et la chaleur montent vers le laboratoire.

Fritte : matériaux, chauffés à sec. Il peut s'agir d'un support céramique (grains de quartz soudés par une phase argileuse) ou d'un verre (vitrification des poudres).

Fostat : est une cité englobée dans la banlieue du Caire (Égypte). Ville arabe, elle abrita la résidence des gouverneurs d'Égypte jusqu'en 879 ap J.C. Elle fut ravagée par Amaury I^{er} de Jérusalem en 1168 ap J.C.

Four à moufle : Le moufle est une boîte trouée en terre cuite, où était déposés les objets avant cuisson. Il avait

pour but de protéger les pièces des poussières, d'un excès de fumée, d'un coup de feu, etc. A l'heure actuelle il s'agit d'un four dont les résistances sont protégées par une double paroi ce qui leur permet de résister aux cuissons réductrices, très corrosives.

Ghoride / Ghuride : dynastie persane qui régna sur le Khorasan oriental (Afghanistan) et le nord de l'Inde de 1149 à 1212 ap J.C. La dynastie finira par tomber en Afghanistan sous la pression des souverains du Khorezm (Ouzbékistan). (Bosworth, 1996).

Glaçure : couche de verre servant à protéger ou/et décorer un support céramique.

Gomme arabique : sève d'acacia utilisée notamment comme liant des peintures

Guide d'onde : système qui sert à guider les ondes électromagnétiques ou les ondes acoustiques. On les utilise notamment en optique et en télécommunication. Les guides d'ondes sont des fibres optiques ou des coques métalliques creuses, généralement composées de deux matériaux différents.

Ifriqiya : partie orientale du Maghreb couvrant approximativement l'actuelle Tunisie, l'Égypte et la Lybie (les limites variant selon les sources historiques).

Ilkhanides : vassaux du Grand Khan mongol de Chine, qui régnèrent sur l'Iran de 1256 à 1353 ap J.C. À partir de 1337 ap J.C., l'instabilité du pouvoir facilita l'apparition de dynasties locales qui prirent le pouvoir.

Intrados : face interne d'un arc ou d'une voûte.

Jâm / Djam : village d'Afghanistan connu pour son minaret cylindrique comprenant un escalier intérieur à double révolution. Ce bâtiment de briques cuites de 63 m de haut a été bâti entre 1174 et 1175 ap J.C. Il est orné notamment d'un bandeau de céramique glaçurée bleue turquoise et d'une dédicace au sultan qui le fit construire. Le site est depuis 2002, sur la liste en péril, du Patrimoine Mondial de l'Unesco.

Jaune d'argent : technique de décoration des vitraux apparue en Europe au XV^{ème} siècle ap J.C. Un mélange à base d'argent et d'ocre était appliqué sur le vitrail puis cuit en oxydation. On obtenait des colloïdes d'argent produisant une couleur allant du jaune citron à l'orangé en réflexion diffuse, sans reflet coloré en réflexion spéculaire

Kairouan : ville de Tunisie centrale, à 150 km de Tunis. La plaine dans laquelle se situe Kairouan était le seul lieu de passage pour les envahisseurs arabes qui s'y installèrent, évitant ainsi mer et montagne. La ville atteint son apogée au 9^{ème} siècle ap J.C, mais déclina en 972 ap J.C avec le transfert du califat à Fostat.

Karshi: petit centre de commerce sur la route de Shahrissabz et de Samarcande, devenu capitale de la province du Kashkadarya dont fait partie Shahrissabz.

Kashan : ville située en Perse central. Site important sous les Sassanides, elle fut ensuite réputée sous les Seldjoukides pour ses céramiques glaçurées à décor de lustre métallique. Les mongols et les timourides

l'épargnèrent grâce à son artisanat, notamment céramique (Brill, 1993).

Kufique/Koufique : écriture arabe qui apparaît au IX^{ème} s ap J.C. Le "kufique géométrique" dit aussi « kufique carré », s'inscrit dans un carré. Il est utilisé fréquemment dans l'architecture, les motifs étant répétés voir imbriqués (Brill, 1993).

Laboratoire : chambre où sont placées les pièces à cuire. On l'appelle aussi chambre de cuisson.

Laque : résine issue du laquier ou de l'hévéa, souvent très toxique. Elle est employée en Asie depuis le début de l'ère chrétienne, sous forme de couches appliquées au pinceau pour protéger et/ou décorer des objets.

Les Abbassides : dynastie califienne ayant régné sur une partie du monde musulman de 750 à 1258 ap J.C. La période de 750 à 945 ap J.C marquera l'apogée de la dynastie, avec le règne d'Harun al-Rashīd (786 – 809 ap J.C.) à Baghdad. On considère cette période comme l'âge « classique » de l'Islam.

Lixiviation : phénomène de lessivage d'éléments solubles. La lixiviation des alcalins (sodium, potassium) dans le verre entraîne une modification de composition du matériau originel.

Longueur d'onde complémentaire : longueur d'onde employée lorsque la couleur mesurée se trouve hors des limites physiques, comme le pourpre. Lorsqu'une couleur se situe dans la « zone interdite », le système calcule sa valeur complémentaire en utilisant une géodésique passant par le blanc.

Majolique : céramique glaçurée dont le décor est recouvert par une couche de glaçure transparente incolore. Ce terme est aussi appliqué aux lustres métalliques fabriqués en Espagne et importés en Italie.

Malachite : minéral vert de formule $\text{Cu}_2(\text{CO}_3)(\text{OH})_2$. Lorsqu'elle se forme par oxydation du cuivre à l'air, elle prend le nom de vert-de-gris. Elle est utilisée comme pigment depuis l'Antiquité, notamment dans la peinture des icônes.

Marcassite : sulfure de fer (FeS_2) courant dans la nature, souvent confondu avec la pyrite

Marli : bord arrondi d'un plat ou d'une assiette.

MEB à Haute Résolution : aussi appelé microscope électronique à balayage FEG. Le MEB FEG est alimenté par chauffage d'un monocristal de tungstène (FEG), contrairement à un MEB basse pression qui est alimenté par un filament de tungstène. Ce type de MEB est utilisé pour l'imagerie en haute résolution et la microanalyse X.

Mihrab : niche indiquant dans la mosquée la direction de la kibla (de la Mecque). Elle se compose en général d'un arc qui retombe sur des chapiteaux portés par des colonnes et donne toujours l'impression d'une porte ou d'un encadrement de porte.

Minai / Minaï : Le style miniature : il se rapproche de l'orfèvrerie avec des compositions très fines et figurant des scènes moins riches en personnage.

Mino (美濃国) : ancienne province du Japon qui la partie sud de l'actuelle préfecture de Gifu.

Mo'arraq : nom donné en Asie Centrale (Afghanistan, Ouzbékistan, etc.) à un ensemble de céramiques glaçurées colorées qui sont découpées puis posées sur un lit de mortier pour former des panneaux aux motifs complexes. Cette technique existe aussi au Maghreb sous le nom de zelliges.

Nanomètre : unité de mesure correspondant à 10^{-9} mètre. Ex : La longueur d'onde de la lumière visible se mesure en nanomètres (400-700 nm).

Naskhi : écriture cursive souple et d'une grande lisibilité.

Orpiment : minéral jaune composé de trisulfure d'arsenic (As_2S_3). Malgré sa forte toxicité, il a été utilisé depuis l'Antiquité comme pigment.

Pernettes : supports en argile évitant que les pièces glaçurées n'entre en contact durant la cuisson et ne se soudent en refroidissant. Elles sont généralement tripodes avec un axe central.

Picot : trous circulaires microscopiques qui se produisent lors de la cuisson de la glaçure. Seules une composition et une cuisson parfaitement maîtrisées permettent d'éviter ce type de défaut.

Pilette : terme employé à l'origine par les Romains pour désigner les petits poteaux de briques entre lesquels circulaient l'air chaud servant à chauffer les bains/thermes. Par extension, le terme désigne les piles de briques réfractaires servant à supporter les niveaux de cuisson tout en laissant passer l'air chaud.

Pincement : pincement de la terre crue entre deux doigts pour former une excroissance qui facilite la pose d'une pièce ajoutée.

Qibla/Kibla : direction de La Mecque ou de la Ka'ba dans laquelle il faut se placer pour la prière. Dans les mosquées, on s'oriente vers la qibla grâce à un mur percé d'une niche, le mihrab. Par abus de langage l'ensemble est souvent appelé mihrab.

Réalgar : minéral rouge orangé, composé de sulfure d'arsenic (As_4S_4). Il a été utilisé pour l'enluminure, la peinture et la pyrotechnie.

Réflexion diffuse : différence entre les angles d'observation et d'éclairement par rapport à la normale à la surface (ex : 30° et 20°).

Réflexion spéculaire : égalité des angles d'observation et d'éclairement par rapport à la normale à la surface.

Rouge de cuivre : technique de céramique chinoise donnant une glaçure rouge. par réduction du cuivre à haute température (1280°C).

Samarra : Irak, ville située au bord du Tigre, à 130 km au Nord de Bagdad. Vers 834 ap J.C. le calife al-Mustasim y transféra sa capitale, abandonnant Bagdad qui se soulevait contre lui. La cité continua à croître et à s'embellir jusqu'au retour de Bagdad comme capitale

en 892 ap J.C. La cité en ruines figure depuis 2007, sur la liste des sites en péril du Patrimoine Mondial.

Seldjoukides : dynastie Turque divisée en plusieurs branches, qui régna notamment en Iran et en Iraq de 1038 à 1194 ap J.C. et en Syrie de 1078 à 1117 ap J.C.

Sgraffito / sgraffite (griffé en italien) : le sgraffito est une technique employée en céramique comme en architecture pour mettre en valeur une teinte par grattage de la couche supérieure de décor différente.

Shah Nameh : Épopée mythologique écrite au XI^{ème} s ap J.C.

Shahrisabz : anciennement nommée Kesh, la ville était située sur la grande route commerciale entre Samarcande et Balkh (cité Afghane). Elle ne fera parler d'elle qu'à partir du milieu du XIV^{ème} s ap J.C. sous le nom de Shahrisabz, car elle fut le lieu de naissance de Timour (Tamerlan / Timour) qui l'enrichit de constructions, dont le palais de l'Ak Saray. Elle est classée sur la Liste du Patrimoine mondial depuis 2000.

Sole : niveau du laboratoire le plus bas, qui est en contact avec le foyer.

Sulfites : sels à base de soufre SO_3^{2-} . Ils sont présents dans tous les vins actuels comme conservateurs.

Suse / Shush : est située dans le sud de Iran à 140 km du Tigre. Cette ville de fondation ancienne a été occupée par les Sassanides puis par les abbassides. Suse fut une ville prospère jusqu'aux invasions mongoles. A l'heure actuelle il n'en reste qu'un champ de ruines.

Tajimi (多治見市) : ville de la préfecture de Gifu au Japon, réputée pour sa production céramique.

Température de pointe : température maximum qu'un corps ou un objet peut tenir durant un temps réduit. Dans le cas d'un four il s'agit de « coups de feu » lorsque l'ajout de combustible fait monter brusquement la température durant quelques secondes voir minutes.

Tenue de l'argile : les argiles sont composées d'une fraction plastique et d'une fraction non plastique (dégraissant). Cette fraction non plastique évite aux argiles de perdre leur forme durant le modelage et la cuisson. Le rapport entre les deux fractions, conditionne le travail et la fonction de l'objet.

Thermocouple : quand deux fils de métaux différents sont soudés entre eux à une extrémité, cette extrémité crée un courant électrique dont l'intensité va augmenter avec la température. La distance entre cette extrémité (point chaud) et l'autre bout du fil (point froid) possède la différence de température la plus élevée, qui sera mesurée. L'extrémité froide est couplée à un système informatique convertissant les millivolts en degrés.

Trésaillure : fracture se produisant dans une glaçure à cause de coefficients de dilatation incompatibles entre la terre et la glaçure. Les trésaillures forment des réseaux sur tout ou partie de la glaçure, altérant son intégrité.

DEUXIÈME PARTIE

AK SARAY (OUBÉKISTAN) : CONSERVATION D'UN SITE DE LA LISTE DU PATRIMOINE MONDIAL

Chapitre 4

- I. Problématique
- II. État de connaissances au début de la recherche

Chapitre 5

- I. Ak Saray : Programme de conservation d'un site de la Liste du Patrimoine Mondial
- II. Base de données analytiques pour la conservation des bassins glaçurés de l'Ak Saray
- III. Shacultim : un prototype de musée virtuel de la culture Timouride

Chapitre 6

- I. Bilan
- II. Bibliographie
- III. Glossaire

AK SARAY (OUBÉKISTAN) : CONSERVATION D'UN SITE DE LA LISTE DU PATRIMOINE MONDIAL

*Élaboration d'une base de données analytiques et création
d'un prototype de « musée » virtuel de la culture timouride*

Chapitre 4

I. Problématique

II. État des connaissances au début de la recherche

Note : les termes suivis d'un astérisque (*) sont définis dans le glossaire.

I. Problématique

1. Enjeu

L'enjeu est d'apporter une contribution qui s'avèrera peut-être un jour déterminante, à la sauvegarde de cette partie du patrimoine universel que l'Unesco désigne sous le nom de « **sources documentaires de l'Humanité** » qui donne une image de la culture timouride à travers l'histoire des techniques et l'iconographie. L'investigation concerne un matériau composite du passé, véritable « fil rouge » de notre démarche, la **céramique glaçurée dans l'architecture**.

2. Problématique

Comment organiser *in situ*, le sauvetage d'une partie d'un autre site majeur de la liste du Patrimoine mondial, menacé par les conséquences du changement climatique en cours ?

Il s'agit des **revêtements de céramique glaçurée** de la zone des bassins de l'**Ak Saray** (« palais blanc » ; 1380-1405 ap. J.C.), de l'empereur Timour à Shahrissabz, près de Samarcande, en Ouzbékistan (fig 137). Le site est emblématique pour ce pays, indépendant depuis 1991 car il concentre une part de ses racines identitaires. C'est en effet à proximité de Shahrissabz, que naquit en 1336 ap. J.C., Timour Leng, connu en Occident sous le nom de Tamerlan.



Figure n 137 : Shahrissabz (Ouzbékistan), Portail de l'Ak Saray (Palais Blanc) vu du nord, en hiver. Peinture à l'huile d'Azizbek Akmedov, 2007.

3. Stratégie de recherche

Pour ce qui concerne la recherche préalable et l'« instruction » du dossier relatif au projet de conservation de l'Ak Saray, l'exercice fut une expérience très riche, car nous avons personnellement participé à toutes ses étapes. La finalité du projet étant un peu décalée par rapport aux missions habituelles du CRP2A et de l'IRAMAT¹, c'est une association (FER-PACT², « Sciences et Patrimoine »), née pour l'essentiel de l'activité du CRP2A et dont nous sommes membres, qui en assuma la coordination, en étroite collaboration avec le CRP2A.

Dans un premier temps, les efforts ont porté sur la structuration d'un réseau de coopération Europe - Ouzbékistan, au titre d'une « Infrastructure action » de la Commission européenne. Ensuite, en 2007 et 2008, grâce au soutien du Conseil Général de la Dordogne, au titre de sa politique de « coopération décentralisée » et ponctuellement du Conseil régional d'Aquitaine, une série d'expertises scientifiques et techniques est venue étayer et argumenter le projet, auprès de la Section « Patrimoine mondial » de l'Unesco.

Simultanément, en collaboration avec la Section « Musées et objets culturels » de l'Unesco, a été conçu et réalisé un prototype de « musée virtuel » de la Culture timouride intitulé « Shacultim » (Shahrisabz – Culture – Timouride), destiné aux personnes qui n'auront peut-être jamais la possibilité de se déplacer (pauvres, handicapés, personnes âgées,...). Il fut ouvert sur internet le 24 septembre 2009 à l'adresse suivante www.culture-timouride.com où il peut être librement et gratuitement consulté.

Enfin, une délégation du Conseil Général de Dordogne, conduite par son Président, le Sénateur Bernard Cazeau, a effectué, du 4 au 11 mai 2010, une mission d'évaluation en Ouzbékistan. À l'issue de cette mission, la décision fut prise d'engager le processus de conservation. Une convention sera signée à l'automne 2010 dans ce sens.

Mots-clés : Céramique glaçurée - Conservation - Palais - Re-création – Revêtements - Shahrisabz – Timour

¹ CRP2A et IRAMAT : Centre de Recherche de Physique Appliquée à l'Archéologie, qui est l'une des composantes de l'Institut de Recherche sur les Archéomatériaux.

² FER-PACT : Association PACT « Sciences et Patrimoine » appartenant au réseau européen de l'association FER.

II. Etat des connaissances au début de la recherche

1. La culture timouride (XIV-XV^{ème} s. ap J.C.) à Shahrissabz (Ouzbékistan)

Carrefour de routes commerciales, l'Ouzbékistan a vu le passage de nombreuses civilisations et religions : Zoroastriens adorateurs du feu, Alexandre le Grand, les Uzbeks, etc. Elle fut aussi le berceau de grands noms comme Timour, Ulugh Beg ou encore Babur, le premier des grands Moghols d'Inde dont un descendant fit ériger le Taj Mahal...

1.1. Shahrissabz

1.1.1. Contexte : un site inscrit sur la liste du Patrimoine Mondial de l'Unesco

Shahrissabz (Шахрисабз), "la ville verte", est située dans une plaine à environ 70 km au Sud-ouest de **Samarcande**, en **Ouzbékistan** (38° 45' N, 66° 53' E, altitude 622 m) (fig 138). On y accède depuis Samarcande par la montagne (contreforts du Pamir) ou par la « route de Karshi », capitale de la province du Kashkadarya. Elle se situe à une centaine de kilomètres de la frontière avec le Tadjikistan, et environ 270 km de l'Afghanistan.

La cité est au cœur d'une riche région agricole produisant notamment du coton, du gaz (20 % du gaz consommé en Europe en provient), de l'uranium, de l'or, etc. La ville actuelle compte environ 60 000 habitants et est réputée pour son centre urbain d'époque timouride qui lui a valu de figurer sur la **Liste du Patrimoine Mondial de l'Unesco** en **2000** (Unesco, 2000).



Figure n 138 : L'Ouzbékistan et les pays voisins (Kazakhstan, Kirghizistan, Tadjikistan, Afghanistan et Turkménistan). La ville de Shahrissabz, appartient à la province du Kashkadarya. On y accède depuis Samarcande (à 70 km) soit en traversant les contreforts du Pamir, soit par la « route de Karshi », capitale de la province. Les couleurs correspondent à l'altimétrie : Khiva et Boukhara sont en plaine, contrairement à Tachkent (capitale actuelle), Samarcande et Shahrissabz située sur de légers reliefs (fond de carte : Braxmeir, 2010).

1.1.II. Historique très succinct

a/ *La période pré-timouride* : Le site de **Shahrisabz** a été occupé dès le **néolithique** (Musée de Shahrisabz, 2008). Plus tard, la cité est associée au site de Podaetak (complexe formé des sites de Podaetak, Uzunkir et Sangirtepa) où les troupes **d'Alexandre le Grand** passèrent l'hiver entre 328 et 327 av J.C. (Musée de Shahrisabz, 2008). Les fouilles ont mis au jour des structures archéologiques de cette époque en terre crue, un peu à l'écart de la ville actuelle (Musée de Shahrisabz, 2008) (fig 139).

Par la suite, de nombreuses cultures cohabitèrent et se succédèrent : Perses **zoroastriens*** (I^{er} millénaire av. au 8^{ème} s ap J.C.), voyageurs bouddhistes (II-VI^{ème} s ap J.C.), conquérants arabes (8^{ème} s ap J.C.), Samanides (IX-X^{ème} s ap J.C.). Shahrisabz était un lieu de commerce et d'échange de marchandises et d'idées. Des mosquées et des lieux d'enseignement y furent construits et étaient réputés dans toute la région (Musée de Shahrisabz, 2008). Ces structures perdurèrent malgré l'arrivée des Mongols de Gengis Khan au XIII^{ème} s ap J.C. (Brill, 1993). On sait toutefois peu de choses de ces bâtiments, la structure de la ville ayant été complètement remodelée durant la période timouride.



Figure n 139 : a. Mur d'enceinte en terre crue comprenant des ouvertures (archères) en forme de flèches. On retrouve le même type de structure sur le site contemporain d'Afrasiab, l'ancienne Samarcande (ph : Musée de Shahrisabz, 2008).

b. Élévations en briques de terre crue pouvant atteindre plusieurs mètres de haut. Le climat sec et l'enfouissement des vestiges a permis la conservation de telles élévations, qui se dégradent rapidement depuis leur mise au jour (ph : Musée de Shahrisabz, 2008).

b/ *La période timouride (XIV-XV^{ème} s ap J.C.)* : La ville médiévale appelée **Kech** ("qui plait au cœur») ou *Qubbat al-eleem va al-adab* (« le dôme de la science et de l'éducation»), est surtout célèbre pour avoir vu naître en avril 1336 ap J.C. **Amir Timour** (Temur ou Tamerlan), qui régna sur l'Asie Centrale de 1370 à 1405 ap J.C. (voir encadré). En souvenir de la ville où il grandit, il la couvrit de bâtiments prestigieux : **palais (l'Ak Saray** ou « Palais Blanc»), mosquées (**Kok Gumbas**, etc.) (fig 140a), tombeaux (**Dorut Tulavat**, **Dorut Saodat** ou « tombeau de Jahangir», etc.) (fig 140b), medersas, bains publics, marchés, caravansérails (fig 140c).

Malgré le prestige qu'il donna à sa cité, **Samarcande** resta la capitale officielle pour des raisons politiques et économiques et étape des routes de commerce (dont les **Routes de la Soie**), Shahrisabz, restant un peu à l'écart des principales Routes de la Soie à cause du relief montagneux. Timour devait être, selon ses souhaits, enterré à Shahrisabz, aux côtés de son fils, mais il fut finalement inhumé au Gur Emir ou « Tombeau de l'Émir» à Samarcande.

Une grande partie du tissu urbain timouride de la ville a été conservé, ce qui lui a valu d’être inscrite en 2000 sur la **Liste du Patrimoine Mondial** (Unesco, 2000). Même si de nombreux édifices ont disparu (on comptait jusqu’à 40 medersas sous Timour, moins d’une dizaine aujourd’hui), des contemporains de Timour (voyageurs occidentaux ou orientaux, descendants, etc.) nous en donnent une description.

Ruy Gonzales de Clavijo, Ambassadeur du Roi d’Espagne venu rendre hommage à Timour, décrit dans ses écrits de voyage, la ville du début du XV^{ème} s ap J.C., qui était structurée, alimentée en eau et protégée par des systèmes de défense comme l’étaient les villes médiévales européennes de la même époque : [...]. *Cette contrée, riche en eaux et en prairies est très peuplée. [...] Les terres de la plaine possèdent beaucoup de champs de blé, de vignes, des cultures de coton, de melons, ainsi que des vergers. La ville est protégée par un mur en terre qui en fait le tour, par des fossés et des portes à pont-levis* (Kehren, 1996) (fig 140d).

Au début du XVI^{ème} ap J.C., **Babur** (1483-1530 ap J.C.), descendant de Timour, qui fonda par la suite la dynastie des Grands Moghols en Inde, mentionne la cité dans ses carnets (Bacqué-Grammont, 1980) : *Comme au printemps, la campagne, les murailles et les toits de la ville deviennent d’un beau vert, Kech est aussi appelée Chahr-i Sabz « Ville verte ». Comme c’était sa ville natale, Temur beg s’efforça et s’appliqua à faire de Kech une ville importante et une capitale. Il y édifia de vastes constructions. [...] Comme Kech n’avait pas la même aptitude que Samarkand à devenir une grande ville, c’est finalement cette dernière que Temur beg avait choisi pour capitale* (Bacqué-Grammont, 1980).

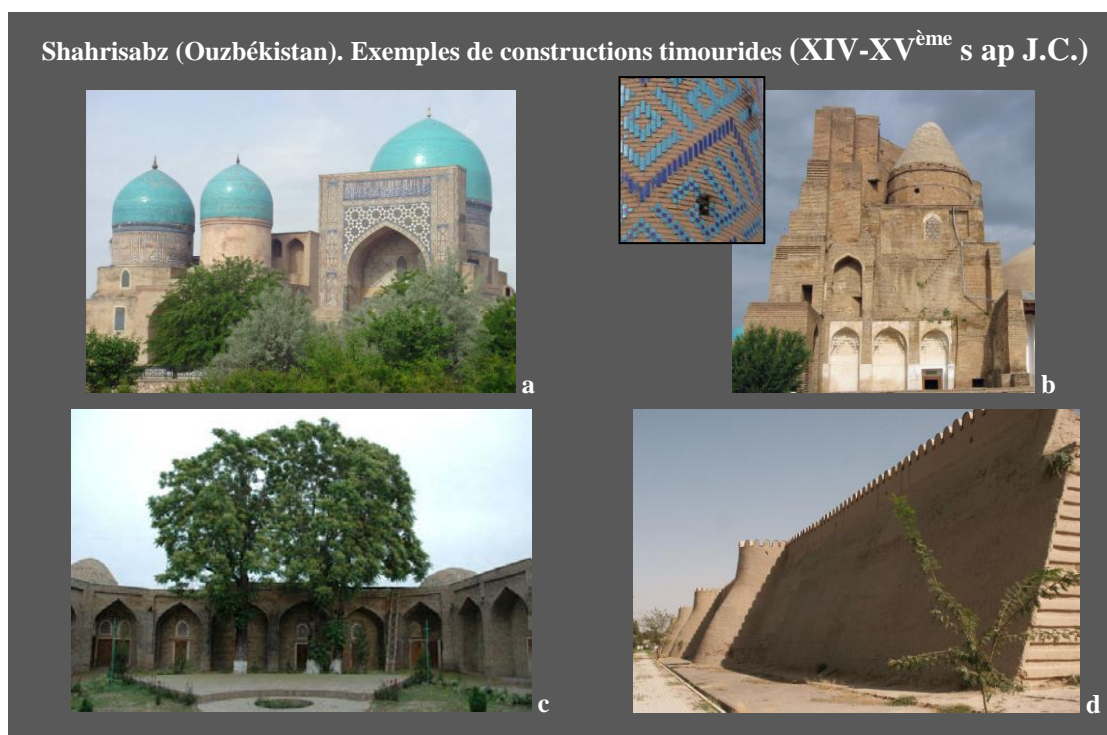


Figure n 140 : **a.** *Mosquée Kok Gumbas (« mosquée bleue ») construite sur ordres de Timour, faisait partie d’un vaste ensemble religieux. En vis-à-vis de la mosquée (dôme de droite) se trouve le mausolée Dorut Tulavat qui abrite les corps de saints locaux (dômes de gauche) (ph : C.Ollagnier, 2007).*

b. *Actuellement séparée par un jardin de la mosquée et du mausolée, se trouvent les vestiges de la nécropole de Jahangir, fils favori de Timour, décédé prématurément. Comme l’Ak Saray, il était recouvert de panneaux de céramique glaçurée polychrome (détail) dont il ne reste que quelques plages fragmentaires (ph : C.Ollagnier, 2007).*

c. *Caravansérail transformé en centre d’artisanat (ph : Musée de Shahrisabz, 2008).*

d. *Portion Nord restaurée de l’enceinte en terre crue recouverte de terre cuite (ph : A.Billard, 2008).*

Amir Timour (1336-1405 ap J.C.)

Timour, connu en Europe sous le nom de Tamerlan (1336-1405 ap J.C.), était un émir de la région de Samarcande (Ouzbékistan) qui construisit un empire couvrant l'Asie Centrale et le Moyen-Orient actuels. L'homme était réputé pour sa férocité, n'hésitant pas lors de ses conquêtes, à anéantir les villes qui lui résistent (Bagdad, etc.). Il ne laissait en vie que les personnes dont il avait besoin, notamment les artisans qu'il déportait pour embellir les grandes villes de l'empire, les transformant en vitrines et emblèmes du pouvoir (Stierlin, 2002). Samarcande avait été choisie comme capitale par Timour au détriment de Shahrisabz, à cause de sa position stratégique qui en faisait un carrefour sur les Routes de la Soie entre la Chine et l'Europe. Les successeurs de Timour continuèrent son œuvre, notamment son fils Shah Rukh qui transforma en centre culturel sa capitale Hérat (Afghanistan) et son petit-fils Ulugh Beg, qui construisit à Samarcande un observatoire astronomique, avec des travaux de grande qualité qui serviront de référence dans le monde entier jusqu'au XVIII^{ème} s ap J.C.

c/ *La période post-timouride* : La ville sera **abandonnée** progressivement à partir de la deuxième moitié du XV^{ème} s ap J.C., quand les **Shaybanides*** chassèrent les derniers Timourides et détruisirent des constructions (dont l'Ak Saray), symboles de l'ancien pouvoir (Unesco, 2000). La nouvelle dynastie fit de Boukhara sa capitale, reléguant Samarcande et Shahrisabz au rôle de cités de province (Дресвянская, 1993) jusqu'à la période contemporaine.

1.2. L'architecture palatiale timouride

Par souci de cohérence avec l'étude du matériel céramique, l'architecture a été privilégiée dans ce mémoire.

1.2.I. Quelques principes

a/ *Rôle de l'architecture timouride* : Sous le règne des Timourides, l'architecture est **monumentale**, car en plus d'assurer sa fonction usuelle, elle sert de **vitrine** à la gloire du souverain (Pougatchenkova, 1996). Cette attitude provenait (notamment) d'une tradition perse antérieure à l'Islam, qui voulait que la demeure du souverain soit aussi la **manifestation** de son **pouvoir** (Stierlin, 2002). C'est le cas du palais de l'Ak Saray (le « Palais Blanc ») de Shahrisabz, sur lequel, d'après Kehren (Kehren, 1991), Timour aurait fait inscrire en lettres coufiques : *Si tu doutes de notre pouvoir, regarde nos bâtiments.*

b/ *Typologie et proportions* : Timour, a fait restaurer et bâtir des bâtiments **civils** (bains, canaux, jardins, palais, ponts, etc.), **militaires** (enceintes, citadelles, etc.), ainsi que **religieux** (medersas, mausolées, mosquées, nécropoles, etc.) (O'Kane, 1987). Il affirmait ainsi son pouvoir dans tous les domaines concernés, car il était à la fois *beg**, militaire et croyant. Les bâtiments timourides sont caractérisés pour les plus prestigieux, par des **dimensions imposantes**. Par exemple, le palais de l'Ak Saray à Shahrisabz devait atteindre par endroits plus de 70 m de hauteur (pishtak*), pour une surface estimée à environ 2.5 hectares (Billard et Schwoerer-Ney, 2008 ; Unesco, 2000). Les constructions ont des **formes simples** (carrés, rectangles, hémisphères, etc.) dont la **multiplication** et la **symétrie** créent les volumes (fig 141a,b).

c/ *Implication de l'artisanat* : Les **ouvriers** et **maîtres d'œuvre** venus de tout l'empire (actuellement Iran, Ouzbékistan, Afghanistan, Kazakhstan, Kirghizistan, etc.) ont dû travailler

ensemble et s'adapter aux exigences de Timour. Cette multiplicité d'origines, de techniques et de goûts a donné naissance à l'**art timouride**, art **syncrétique** parfois qualifié d'« International » ou de « Renaissant » (Kehren, 1991). Des listes de comptes de cette époque indiquent qu'un grand nombre d'artisans (charpentiers, calligraphes, etc.) et de maîtres d'œuvre venaient de **Perse** (Ispahan, Kashan, Nishapur, Tabriz etc. –Iran actuel-) dont l'influence était très forte en Asie Centrale (Golombek, 1988).

d/ *Matériaux* : Les matériaux employés à l'intérieur comme à l'extérieur, sont multiples: pierre pour les parties basses (**marbre**, calcaire, etc.), briques de **terre cuite**, **céramiques glaçurées** (fig 141b), stuc, bois, etc. pour les murs et les parties hautes (Pougatchenkova, 1976; O'Kane, 1987 ; Ney et al, 2003). Ces décors faisant partie intégrante de l'édifice, pouvaient être rehaussés à l'intérieur par des **peintures murales** polychromes, qui recouvraient les murs, les stucs et les boiseries (Golombek, 1993).

e/ *Les décors : importance de la polychromie* : Étant donné les origines variées des artisans et les exigences du commanditaire, **plusieurs techniques** et types ornementaux se conjuguent. On constate malgré tout une généralisation de la **polychromie** (fig 141c), à l'aide de matériaux de texture variée : peinture murales, stucs, papier mâché, bois peints, etc. (Pougatchenkova, 1976; O'Kane, 1987).

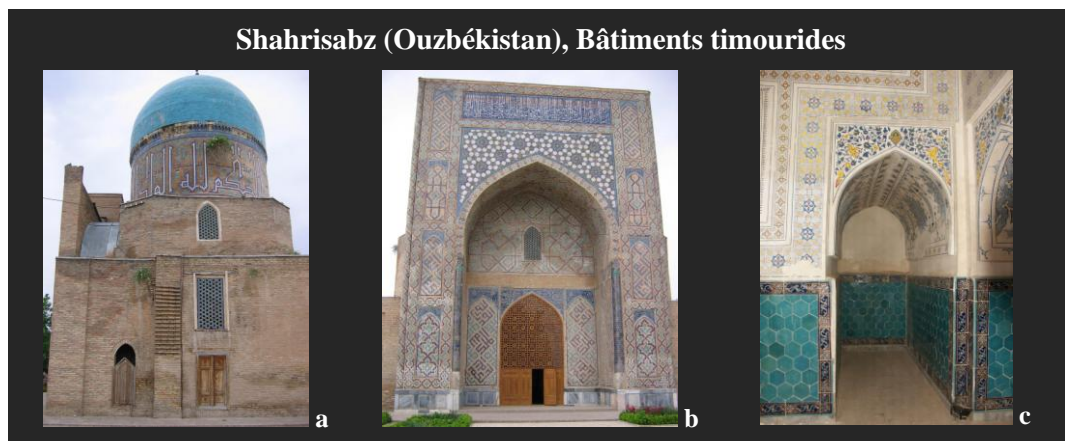


Figure n 141 : a. Mausolée de Dorut Tulavat (XV^{ème} s ap J.C.) vu de côté. L'ensemble se compose d'un empilement et de répétitions de volumes simples : parallélépipède (corps de bâtiment), cylindre (tambour), hémisphère (dôme) (ph : C.Ollagnier, 2007).

b. Pishtak (portail monumental) de Kok Gumbas (la « Mosquée Bleue ») (XIV-XV^{ème} s ap J.C.). La décoration est réalisée à l'aide de carreaux de céramique glaçurée, principalement bleue, turquoise et blanche, qui forme des panneaux à décor géométrique ou calligraphique (ph : C.Ollagnier, 2007).*

c. Décoration d'une alcôve de la mosquée Kok Gumbas. Les parties inférieures étaient souvent décorées de panneaux glaçurés (polygones turquoise et bandeaux cobalt et rouge) et les parties supérieures de plâtre peint (bleu, turquoise, jaune, etc.). Les motifs sont ici géométriques ou végétaux (ph : C.Ollagnier, 2007).

1.2.II. Des palais éphémères

En majorité les résidences impériales se limitaient à des **structures éphémères**, les souverains n'étant **pas totalement sédentarisés**. Ces palais étaient faits comme d'autres constructions de la même époque, de structures en dur pour les sous-bassements (brique cuite) et légères pour les parties hautes (bois, tissus, feutres etc.) (Stierlin, 2002). Dans les villes de sédentaires, les souverains semi-nomades bâtissaient des « palais-jardins ».

1.2.III. Les palais-jardins timourides

Ces **palais-jardins** étaient entourés d'une haute enceinte flanquée de tours d'angle et d'une porte monumentale. La forme des jardins était structurée par des réseaux de canaux, d'allées et d'arbres auxquels s'ajoutaient des fontaines et des massifs de fleurs (fig 142). Entouré par des bassins, se trouvait le **pavillon central** cruciforme, richement décoré : céramique glaçurée polychrome (sols et murs), papier mâché doré (murs, plafonds, coupoles), tentures de soie (murs), mobilier précieux, etc. (Kehren, 1991).

Ces palais-jardins, dont on comptait une dizaine à Samarcande à l'époque de Timour étaient des survivances de la tradition perse des « **jardins merveilleux** » de l'époque Sassanide (III à VII^{ème} s ap J.C.). Leur nom perse, *pari daeza*, donna par la suite en Europe le mot *paradis* (Kehren, 1991).

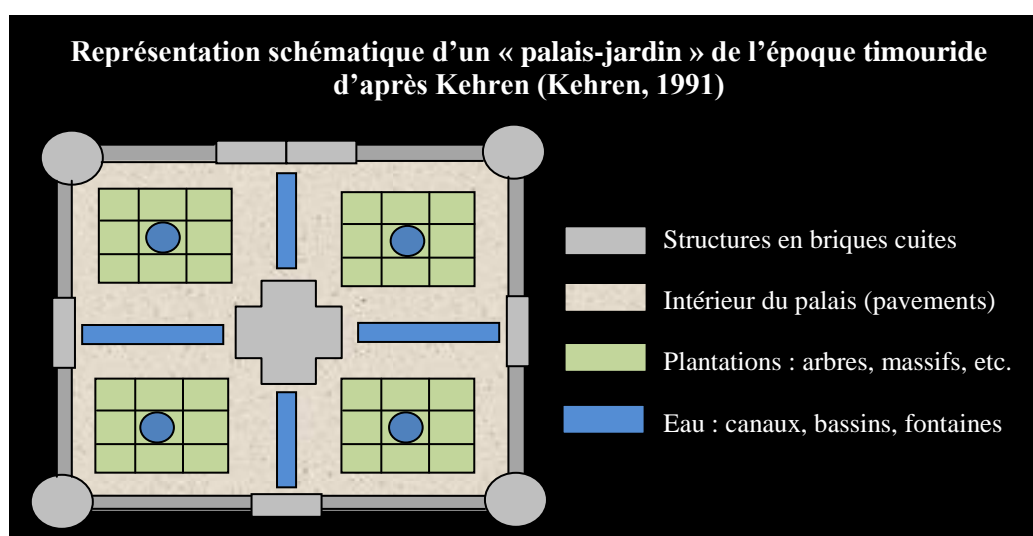


Figure n 142 : L'ensemble était structuré autour de grands jardins arborés, de canaux et de fontaines. Une enceinte en briques cuites, entourant la résidence.

1.3. La décoration architecturale sous les Timourides : utilisation de la céramique glaçurée

1.3.I. Organisation de la décoration

L'usage de la céramique manifeste la multiplicité des origines géographiques et culturelles des artisans qui l'ont élaborée, ce qui se perçoit sur les bâtiments.

Banna'i : Les murs extérieurs comme intérieurs sont souvent ornés en banna'i (« maçonnage ») (fig 143), technique qui consiste à faire alterner des briques de terre cuite glaçurées avec des briques non glaçurées, pour former un dessin ou un mot/texte, qui joue sur la couleur et le contraste des textures (O'Kane, 1987).

Mo'arraq : La technique du mo'arraq (fig 143a), c'est-à-dire de la mosaïque de céramique glaçurée serait originaire de Perse d'où venaient de très nombreux artisans prisonniers de Timour (Golombek, 1988). Elle est l'équivalent de la technique des **zelliges** au **Maghreb**. Sa fabrication se déroulait de la même manière que pour les mosaïques de pierre ou de verre et débutait par la création d'un carton*. Une fois celui-ci réalisé, on préparait des plaques/carreaux de céramiques glaçurées présentant les teintes choisies pour le motif. Celles-

ci étaient découpées aux formes voulues, ajustées (limage) puis assemblées face glaçurée contre le carton. L'ensemble était alors recouvert d'un **mortier** pour former un panneau, qui après séchage, était fixé sur le mur par un autre mortier. Cette technique prend du temps et de la main d'œuvre qualifiée, mais les décors réalisés avaient un rendu très différent de celui des carreaux peints (Blair, 1996 ; Golombek, 1988).

Polychromie : Les glaçures polychromes étaient aussi réalisées par apposition au pinceau de mélanges glaçant colorés et parfois de feuilles d'or sur une glaçure déjà cuite (blanche ou bleue) (fig 143b). Un trait noir ou un moulage séparait ces couleurs et leur évitait de se mélanger lors de la cuisson. On compte jusqu'à 7 couleurs pour les décors les plus complexes, dits **haft rang** (« sept couleurs » : bleu, turquoise, vert, jaune, rouge, noir, blanc).

Décor de lustre métallique : Le décor de lustre métallique était connu et employé (Shahrisabz, Karshi) mais semble t-il à moindre échelle par rapport au décor à la feuille d'or, la technique était plus facile à réaliser et l'aspect métallique permanent.

1.3.II. Motifs combinatoires

Ces céramiques glaçurées employées en architecture, portaient ou formaient un motif **géométrique** (cartouche, étoile, croix, etc.), **végétal** (lotus, fleur, arbre, etc.) (fig 144a) ou **calligraphique** (kufique, etc.) (fig 143, fig 144b). On ne retrouve de rarement à l'époque de Timour, des figurations animales ou humaines dans cet art qui couvrait l'intérieur comme l'extérieur des bâtiments (Golombek, 1988). Une ou plusieurs techniques décoratives pouvaient être combinées pour créer le motif choisi qu'il soit en deux ou en trois dimensions (ex : muqarnas). Ces motifs étaient réalisés, selon le motif et la distance à laquelle ils devaient être observés, sur une dizaine à plusieurs centaines de carreaux (tapis de banna'i par exemple).

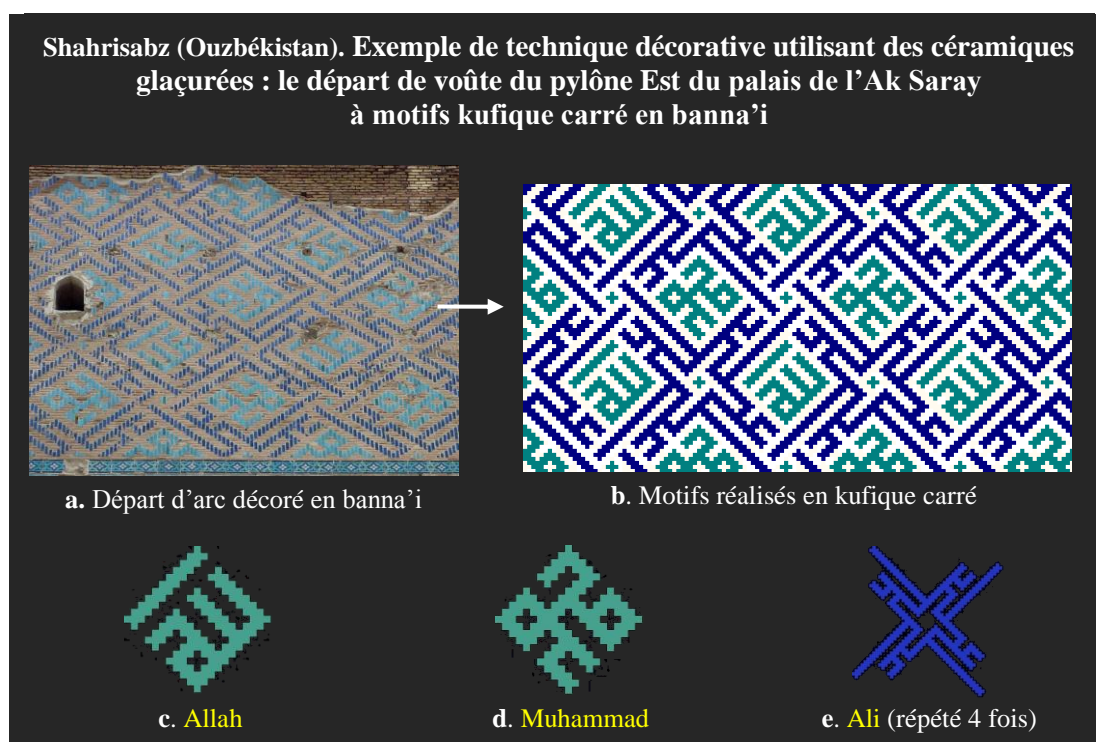


Figure n 143 : a. Le départ d'arc est décoré en banna'i, l'alternance de briques glaçurées bleues, turquoise et non glaçurées formant des motifs calligraphiques, fréquents dans l'art timouride (ph : C.Ollagnier, 2010). b. Cette calligraphie est réalisée en kufique carré. Trois motifs imbriqués composent cet ensemble. Il s'agit d'après les traductions, d'Allah (c), Muhammad (d) et Ali (e) (Potter, 2007).



Figure 144 : a. Détail de décors épigraphiques (gauche), végétaux (centre) et géométriques (pilastre) réalisés en mo'arraq (ph : Ollagnier, 2010).

b. Panneaux de céramiques polychromes à fond bleu rehaussé de feuilles d'or (ph : Ollagnier, 2010).

1.4. Le palais de l'Ak Saray

1.4.I. Bref historique de l'Ak Saray, le «Palais Blanc » de Timour

L'**Ak Saray**, ou "**Palais Blanc**" (Ak : blanc ; Saray : palais) de **Timour** se situe au Nord de la ville historique de **Shahrisabz**. Le palais a été bâti entre 1380 et 1404 ap. J.C. par des artisans réquisitionnés dans les diverses régions de l'empire (Iran actuel, Ouzbékistan, etc.) (Дресвянская, 1993). Des témoignages de contemporains (Ruy Gonzalez de Clavijo, Babur, etc.), attestent que le site resta en fonctionnement jusque dans la deuxième moitié du XV^{ème} s ap. J.C., période à laquelle il sera progressivement abandonné à cause de l'arrivée au pouvoir des **Shaybanides***. Un séisme qui eut lieu en 1490 ap J.C. aurait dégradé le bâtiment et accéléré son abandon (Дресвянская, 1993).

1.4.II. Plan hypothétique du palais

A notre connaissance, il n'existe à l'heure actuelle **aucune donnée** objective permettant de dresser le **plan** de l'emprise au sol du palais comme nous l'a confirmé en septembre 2008 à Tachkent (Дресвянская, 1993), Mr Khayrilla Sultanov l'un des archéologues qui a réalisé les sondages au pied des pylônes. Les plans existants de l'Ak Saray sont seulement une hypothèse³ (fig 145a,b) (Barry Lane *et al*, 1996) avancée à partir des quelques paragraphes bien insuffisants du carnet de voyage (1403-1406 ap J.C.) de l'Ambassadeur du Roi de Castille, Ruy Gonzalez de Clavijo (Kehren, 2006).

L'emprise au sol supposée du palais s'étire sur environ 250 m selon un axe nord-sud. Durant la période soviétique, l'espace correspondant était occupé par des bâtiments administratifs, situés à proximité des **pylônes d'entrée** et au-dessus des vestiges des bassins et pavements du palais qui furent dégagés au cours des années 1990. Après l'indépendance du pays en 1991, une majorité du site fut réaménagé en "Parc de la Victoire" dominé par une statue géante en bronze de Timour. Depuis 2000 le palais est comme le reste de la ville ancienne de Shahrisabz, classé sur la **Liste du Patrimoine Mondial** de l'Unesco.

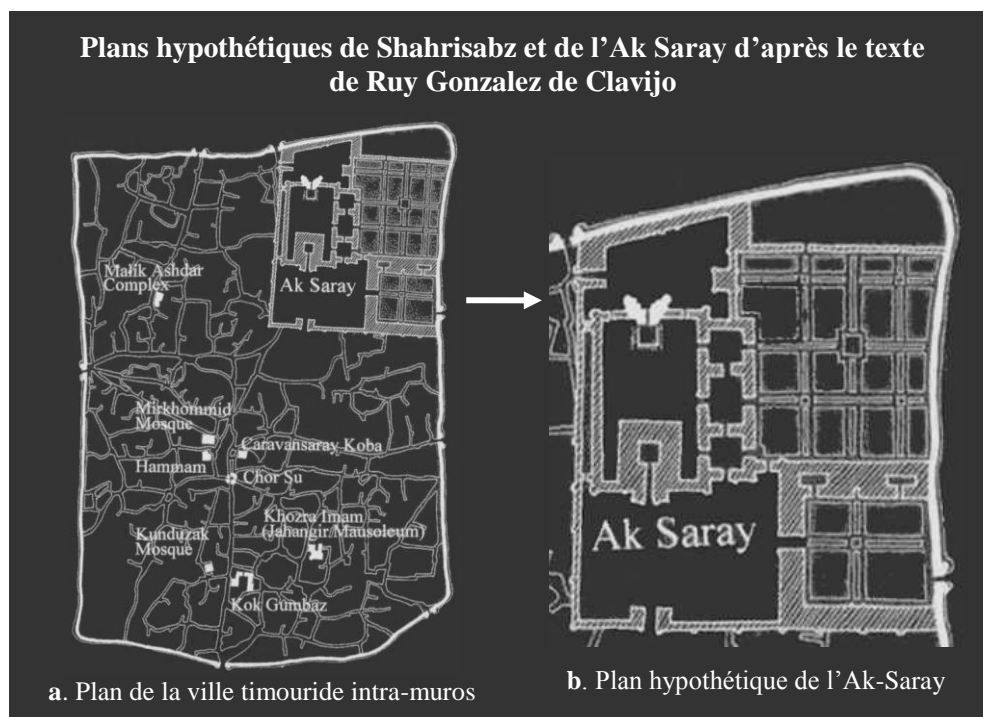
³ De la part de l'un des auteurs lui-même, M.Giovanni Boccardi.

1.4.III. Un palais original et unique

A la différence des palais construits à Samarcande par le souverain et dont rien d'aérien ne subsiste, l'Ak Saray est situé *intra-muros* (dans la ville protégée d'une enceinte) et adossé au rempart dans l'angle Nord-Est de la cité (fig 145a). Timour a voulu faire de l'Ak-Saray une **création unique** à mi chemin entre les **palais-jardins** construits hors les murs mais ceints de hautes murailles (Kehren, 1991) et les **palais-forteresses** (Kok Saray ou « Palais Bleu » de Samarcande) construits *intra-muros* pour assurer des fonctions de "trésor de l'Etat" et de prison (Blair et al, 1994; Golombek et al, 1988, Michell, 1995; Stierlin, 2002). L'édifice servit de **résidence occasionnelle** à la cour lors de ses séjours dans la ville. Ruy Gonzalez de Clavijo, ainsi que Babur, donnent une description succincte de ce qu'à dû être l'Ak Saray :

Selon Ruy Gonzalez de Clavijo : [...] *Ce palais possède une longue façade avec un très haut portail. Aussitôt passé celui-ci, on voit, à droite, mais aussi à gauche, des arcades en briques, ornées de carreaux de faïence, placés en opposition, qui abritent de petites chambres dépourvues de porte, dont le sol est recouvert de carreaux de faïence. Elles sont destinées à recevoir les gens, qui peuvent s'y asseoir, lorsque Timour Beg est présent. [...] En face, une autre porte, on passe dans une vaste cour aux dalles blanches, entourée d'arcades richement décorées, possédant au milieu un grand bassin rempli d'eau* (Kehren, 2006).

Selon Babur : [...] *Pour tenir son conseil (Timour), fit construire un grand portique pour lui-même et deux autres plus petits, à droite et à gauche du premier, pour faire siéger les begs (seigneurs ou hauts fonctionnaires) de son entourage et ceux du Conseil, et les consulter. Pour les plaignants et les consultants, il fit édifier sur chaque côté de cette salle du Conseil de petites alcôves. On cite peu d'exemples de voûtes de cette taille dans le monde. On dit qu'elle est plus grande que celle de Ctésiphon [...]* (Bacqué-Grammont, 1980).



En blanc les structures existantes, en gris clair les zones disparues.

Figure n 145 : a. La ville timouride était entourée d'une enceinte en terre (crue et cuite) à laquelle s'accolait l'Ak Saray qui occupait presque tout le quart Nord-Est (Barry Lane et al, 1996).

b. L'Ak Saray s'organisait autour d'un ensemble de cours et de jardins (Barry Lane et al, 1996).

1.4.IV. Les pylônes d'entrée

Il ne reste aujourd'hui du palais que les **deux pylônes** (fig 146, 147a) qui supportaient les voûtes de la **porte monumentale** située au Nord de l'édifice et donnant sur la route de Samarcande (fig 147b). Les deux structures ont à l'heure actuelle une hauteur qui atteint 43 m pour le pylône Ouest et 44 m pour le pylône Est (Billard et Schvoerer-Ney, 2008). D'après la mesure de l'expertise architecturale (Billard et Schvoerer-Ney, 2008) la plus grande des trois voûtes du portail devait atteindre environ **71 m de hauteur**, surpassant tout ce qui avait été construit auparavant.

Ces pylônes et la porte ont été construits en **briques de terre cuite** (fig 147a). Plusieurs escaliers les percent pour accéder aux différents niveaux de l'édifice. Ils sont ornés sur 3 faces (Nord, Ouest et Est), de **parements** de carreaux de **céramique glaçurée** présentant une grande **diversité** de teintes (violet, bleu, vert, jaune, noir, orange, rouge, etc.), de motifs (calligraphie, végétaux, géométrie) et de techniques (mo'arraç, décor à la feuille d'**or**, etc.) (fig 147b à d).

Les iwans occupant la partie « interne » de la porte portent des traces de la **ismicité** récurrente de la région (fractures) ainsi que des différences de **résistivité** du sous-sol, notamment le pylône Est qui s'affaisse légèrement.

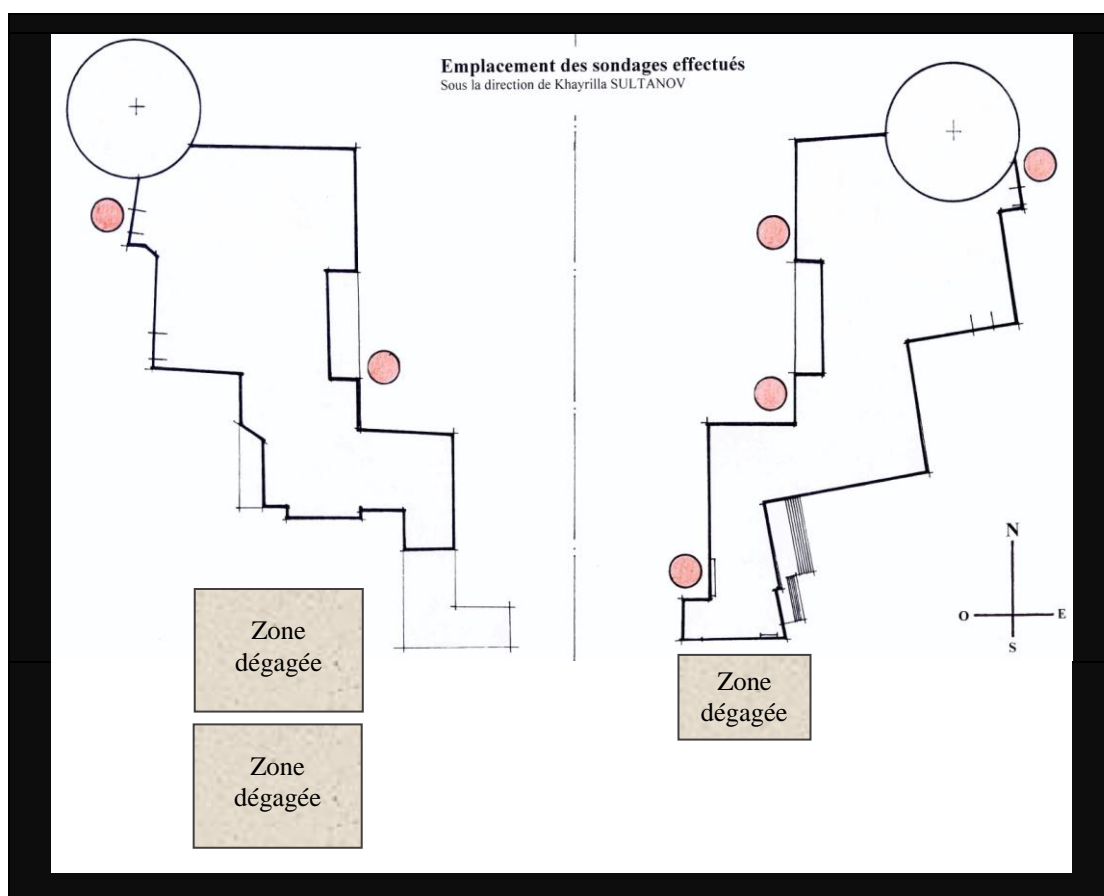


Figure n 146 : Schéma des pylônes observés en section et des sondages (disques rouges) effectués par les archéologues russes dans les années 1970 et 1990. Ces sondages qui ne couvrent qu'une faible surface autour des pylônes, ne permettent pas d'avoir une idée du plan de la construction, même sommaire. Les bassins et pavements glaçurés sont situés au Sud, à l'intérieur du palais (indiqués zones dégagées) (Billard et Schvoerer-Ney, 2008). D'après Clavijo, ils orneraient une cour bordée d'arcades.



Figure n 147 : a. Face Sud des pylônes vue depuis le « Parc de la Victoire ». Cette face tournée vers l'intérieur du palais ne comporte pas de carreaux de céramique glaçurée, car elle était probablement liée à d'autres corps de bâtiments. Les bassins et pavements glaçurés se trouvent au pied des pylônes (ph : M.Schvoerer, 2007).

b. Face Nord des pylônes couverte de carreaux de céramique glaçurée. La voûte qui atteignait 71 mètres de hauteur, devait s'observer de très loin, notamment depuis la route de Samarcande qui venait du Nord. (ph : C.Ollagnier, 2010).

c. Iwan du pylône Ouest. Il est orné d'un parement de céramique glaçurée à dominante bleue (carreaux polychromes glaçurés, terre cuite), bien conservé à partir d'une dizaine de mètres de hauteur. En partie supérieure est visible le départ de l'arc. Cet iwan et son vis-à-vis étaient rehaussés par endroits d'un décor à la feuille d'or (ph : C.Ollagnier, 2010).

d. Iwan du pylône Est. L'ornementation glaçurée à presque totalement disparue, hormis dans la partie supérieure, mais on peut penser qu'il était identique à l'iwan Ouest (ph : C.Ollagnier, 2008).

1.4.V. Pavements et parements de bassins décorés d'éléments en céramique glaçurée

En 1973-74 les archéologues russes repèrent aux pieds des pylônes environ **600 mètres carrés de pavements et bassins** décorés de carreaux de **céramique glaçurée**, alors sous 1.5 à 2 m de sédiment (Дресвянская, 1993).

Trois zones ont été dégagées à l'intérieur du palais : deux au pied du pylône Ouest, la troisième au pied du pylône Est (fig 146 et fig 148a à c). Ces carreaux ont des formes, des dimensions diverses (rectangles, croix de David, etc.) et des couleurs (bleu, turquoise, blanc, rouge, jaune, etc.) formant des tapis (fig 148a à d). Au terme des sondages, les pavements ont été recouverts de sédiment afin de les préserver de l'altération. Ils furent ensuite remis au jour au début des années 2000 lors de l'aménagement du parc attenant.



Figure n 148 : a. Zone de pavement au pied du pylône Est. Les pavements forment des tapis bleu, turquoise et blanc dont l'aspect est modifié par les déformations du sol (ph : Ollagnier, 2007).

b. Aperçu d'un ensemble de carreaux turquoise ou bleu en forme d'étoiles créant de petites zones délimitées par des carreaux polychromes blanc, turquoise et bleu (ph : Ollagnier, 2007).

c. Au pied du pylône Ouest, un bassin peu profond est clairement identifiable (ph : Ollagnier, 2008).

d. Aperçu du bassin de la zone Ouest. Les carreaux de dimensions allant de 8 à 40 cm de côté ont des teintes principalement blanches et bleues (ph : Ollagnier, 2010).

1.4.VI. L'actualité : l'impact du changement climatique

L'automne 2007 pluvieux, suivi d'un hiver 2007-2008 anormalement froid (-35°C) ont accéléré l'**altération** des mortiers et glaçures des trois zones (désagrégation, émiettements, etc.). Cette importante et rapide **dégradation** a poussé un ensemble de partenaires dont le Conseil Général de la Dordogne, l'association FER-PACT et le laboratoire du CRP2A à élaborer un projet de conservation qui sera évoqué dans ce travail.

Le chapitre 5 est consacré à la description des carreaux et au programme de conservation. Auparavant et en accompagnement de ce projet, nous allons rendre compte de la création d'un prototype de « musée virtuel ».

2. Les musées virtuels

L'Unesco est l'un des organismes fondamentaux cherchant à protéger les Sources documentaires de l'Humanité, dont font partie les collections des musées. En octobre 2007, le Dr Laurent Lévi-Strauss, Directeur de la Section Musée et Objets du Patrimoine Culturel de l'Unesco, nous a proposé en étroite collaboration avec sa section et l'Unesco, de valoriser une partie de nos recherches à travers la création d'un prototype de musée virtuel de la Culture Timouride, basé sur des objets conservés au Musée Amir Temur de Shahrissabz (Ouzbékistan). Cette initiative, nous a emmené à nous intéresser à ce qui conduit à créer l'« équivalent virtuel » d'un musée réel. En particulier au cheminement d'une telle entreprise et à recenser des exemples de réalisations de ce type.

2.1. Le concept de musée virtuel

Aujourd'hui le système de communication par **internet** est omniprésent dans la vie quotidienne et professionnelle. Avant de visiter un musée, un « voyageur » cherchera sur le **site internet** du musée des **informations pratiques** et/ou à voir des **œuvres** qui y sont conservées. Certains groupes (personnes âgées, handicapées, scolaires,...) manquant d'autonomie pour se déplacer dans les musées, privilégient le support numérique plus facilement accessible. On peut penser que de nos jours un musée qui ne possède pas de site, se prive de visiteurs potentiels.

2.1.1. Le principe

La **numérisation** des données n'a pas pour vocation de se substituer totalement à la réalité. Mais le numérique est un moyen efficace et planétaire de diffusion des connaissances et parfois de préservation de contenus disparus (vol, destruction.) ou trop fragiles pour être présentés (altération, en cours de restauration, etc.). Il ne faut pourtant pas oublier que cette **représentation de l'œuvre n'est pas l'œuvre** (Rodes *et al*, 2003). Créer un musée virtuel est donc un acte important pour toute structure muséale. Il faut toutefois prendre en compte en amont du projet, tous les paramètres concernant sa création. Une **stratégie globale** sur le long terme devant donc être définie. Nous ne présenterons ici que quelques étapes importantes.

Ce type de projet doit être mené dès le départ par un **groupe pluridisciplinaire** (conservateurs, archivistes, ingénieurs, etc.) qui définit et entretient la **stratégie** choisie. En ce qui concerne les **droits d'auteurs** (législations nationales et internationales), les auteurs ou organisations sources sont cités, avec bien sur leur accord préalable. Il en est de même dans le cas des images libres de droit. Le premier obstacle dont il faut s'affranchir est la **gestion de la masse d'informations** à traiter qui va déterminer le système à utiliser (ordinateur, logiciel, etc.). Il faut en parallèle définir des normes pour assurer l'indépendance des données par rapport aux supports (disques durs, logiciels, etc.) et garantir leur **pérennité** (migrations régulières des données d'un support à un autre, copies de sauvegarde, etc.). Ces dispositions de **conservation** doivent garantir la lisibilité des données quels que soient les traitements matériels qu'ils subiront (Rodes *et al*, 2003).

Les images et photos qui ont été introduites dans le musée, sont identifiées en considérant les données qui les caractérisent. Pour cela des **règles de classement** ont été définies (unités, sous-unités, etc.) en tenant compte de l'**attente** supposée des **utilisateurs** (public âgé, scolaires, professionnels, etc.).

En général les documents⁴ doivent être « **compressés** » afin de réduire le poids des fichiers, ce qui facilite le stockage ou la diffusion par le réseau numérique⁵. A l'issue de traitements⁶, il est nécessaire de **contrôler** et de **vérifier** la qualité de l'enregistrement et des données associées (Rodes *et al.*, 2003).

2.1.II. L'utilisation

Un site internet/musée virtuel permet une **ouverture 24h/24h** en fournissant une partie des informations que le public recherche (horaires, trajet, conditions d'accès, etc.). Il peut aussi contribuer à réduire le budget d'une campagne publicitaire, mais surtout constituer une « **fenêtre ouverte** » sur le monde. **Promouvoir** et **valoriser** les musées locaux ou régionaux est quelque chose de très important à l'heure où le tourisme est devenu la 1^{ère} industrie mondiale (Anderson, 1999).

Le site internet d'un musée « physique » le rend **accessible** sans investissement excessif et répond en cas d'impossibilité d'adapter la configuration des lieux, aux besoins des personnes **handicapées, personnes âgées, scolaires, malades, pauvres**, etc. ou tout simplement à ceux qui ne peuvent pas de se déplacer faute de temps.

Les **musées virtuels** sans support physique permettent d'intéresser tous les types de publics. Dans tous les cas, il doit permettre à l'utilisateur quel qu'il soit, de tirer pleinement parti de l'ensemble des informations, qu'il s'agisse des représentations des objets ou des textes qui les accompagnent (Anderson, 1999).

Le musée virtuel ne doit **pas** tenter de **re-crée un musée de type classique**, mais exploiter les ressources que fournit l'internet. Celui-ci est un moyen de communication différent ayant des forces et faiblesses propres qu'il faut apprendre à exploiter pour enrichir l'expérience du visiteur. L'un des services possible est de **présenter en ligne des expositions** ce qui peut permettre de **révéler l'existence de réserves** qui ne sont jamais exposées, ainsi que les **pièces** les plus fragiles ou « précieuses ». L'introduction de **documents multimédias** (son, image, vidéo, animations, etc.) en augmente l'intérêt. Enfin, un musée virtuel complète la visite du musée physique s'il existe (Anderson, 1999).

2.2. Quelques exemples de musées virtuels

Nous distinguerons **trois types** de musées virtuels :

1. La version informatisée d'un **catalogue** classique qui peut présenter une exposition, un catalogue, un objet, etc. ou les caractéristiques d'un musée qui existe effectivement. Exemples existants : le Musée du Louvre (France) (fig 149), le MoMa (USA), le Corning Museum of Glass (USA), etc.

2. La représentation de quelque chose (monographie, synthèse) qui est créée à partir d'éléments possédés par **différents musées**, sans se préoccuper de concevoir et proposer un cadre architectural virtuel. Exemples existants : Le Musée Achéménide (France) (fig 150), Shacultim (France), le Musée virtuel du Canada/Virtual Museum of Canada (Canada), etc... Exemples hypothétiques : le musée virtuel des grottes ornées du Sud Ouest de la France, le musée virtuel des gravures et peintures rupestres du Sahara, etc. Les possibilités sont vastes.

⁴ Photographies, diapositives, son, animations, vidéos, etc.

⁵ Images : TIFF, BITMAP, JPEG ; formats vidéos : flash, MPEG-1, 2 ou 4 ; son : MP3, Mpeg ; textes : RTF, PDF, etc.

⁶ Numérisation, enregistrement de plusieurs copies pour exploitation ou consultation

3. Une **synthèse** des deux types précédents. Il s'agit de présenter dans une architecture virtuelle, un ensemble d'objets réels provenant de **plusieurs sources**, sous forme de collections ou d'expositions elles-mêmes virtuelles. Ce type de musée permet de présenter des œuvres sans pour autant nécessiter un investissement matériel (location ou construction de bâtiment, personnel, etc.). Il pourrait, au final aboutir à la construction d'un musée physique. Exemple existant : le Museo virtual de artes (Uruguay) (fig 151).

Type 1 - Musée virtuel associé à un musée ayant une existence physique

Figure 149 : Exemple du musée du Louvre (<http://www.louvre.fr/llv/commun/home.jsp>) (de 2007)



a. Page d'accueil du musée du Louvre. Celle-ci permet d'accéder aux différentes sections permanentes (musée, œuvres, activités, etc.), à un choix de la langue (anglais, japonais, chinois), des informations pratiques (tarifs, etc.) ainsi qu'à des sections temporaires variant régulièrement (ex : un jour une œuvre, etc.).



b. Fiche d'un chandelier au nom de Timur Leng. Les fiches du catalogue Atlas se composent d'une image et d'informations (description, datation, legs, etc.). Les photographies présentées peuvent être agrandies en pleine page sous forme d'une fenêtre pop-up*.



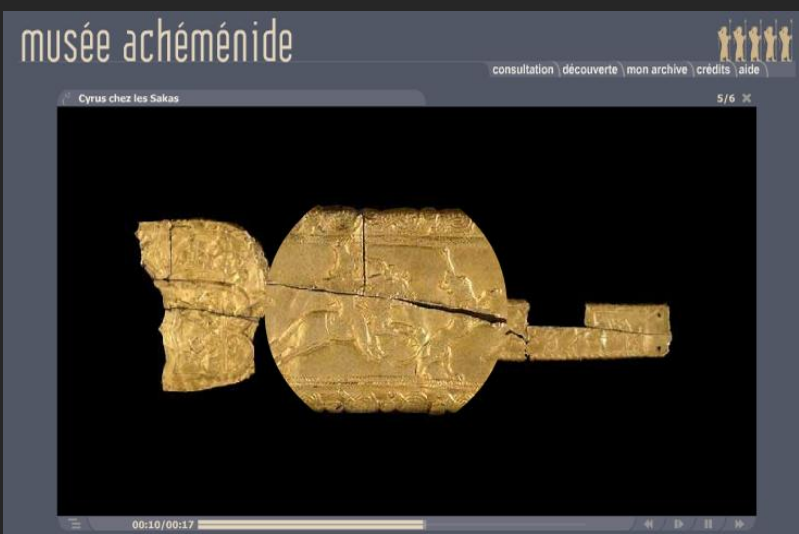
c. Fiche relative au globe céleste dans la partie Arts de l'Islam (Turcs, Mongols et Occident Musulman). Cette fiche correspond à une « Œuvre choisie » ce qui explique qu'elle soit plus détaillée que les autres. En effet, la notice dépasse celle de l'objet pour englober le concept d'astronomie du monde oriental.

Type 2 - Musée virtuel associé à des œuvres physiques provenant de plusieurs muséesFigure 150 : Exemple du musée achéménide (<http://www.museum-achemenet.college-de-france.fr/>) (de 2006)

a. Page d'accueil du musée achéménide. Celle-ci, d'un design sobre, permet d'accéder à différentes sections (consultation, découverte, archives, recherche), à un choix de langue (français ou anglais) et à des informations complémentaires (informations, crédits, aide, contacts).



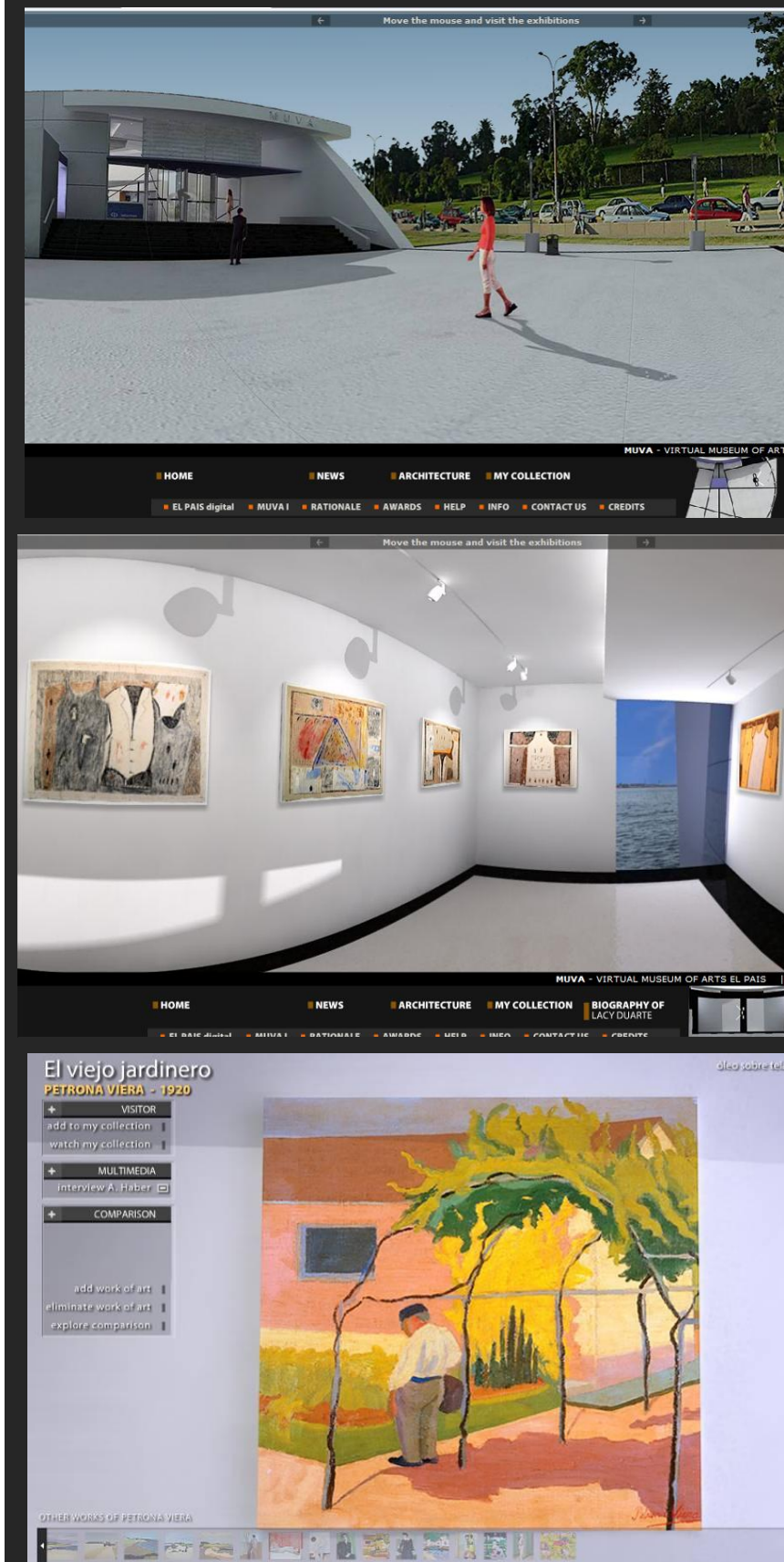
b. Fiche d'un bol en verre. Les fiches de la partie consultation se composent d'une image et d'informations (images associées, lieu de conservation, datation, etc.). Des outils permettent notamment de faire des zooms de l'image (mais pas de pleine page possible), des rotations, etc.



c. vidéo présentant les gravures d'un fourreau en or de l'époque de Cyrus (VIème s av J.C.). Cette vidéo en français ou en anglais, présente l'avantage d'être brève, captant ainsi l'attention du visiteur. Dans cet exemple, la vidéo permet un agrandissement de l'objet qui défile pour donner l'impression de mouvement.

Type 3 - Musée avec architecture virtuelle présentant des œuvres physiques

Figure 151 : Exemple du Museo Virtual de Artes (<http://muva.elpais.com.uy/>) (de 2007)



a. Deuxième page d'accueil du MUSeo Virtuel de Artes (MUVA) d'Uruguay. La première page permet de choisir la langue (espagnol ou anglais) puis la version bas ou haut débit du site. Ce musée virtuel a été créé par des historiens, conservateurs, etc. et le bâtiment virtuel a été conçu par des architectes comme une structure réelle de 6000 m².

b. l'une des salles d'exposition du musée. Le déplacement s'effectue à l'aide de la souris sur 360°C mais ne permet pas d'aller en dehors de certaines zones. Le MUVA présente une majorité d'œuvres réelles et quelques digitales. L'environnement (baies, textures, etc.), l'éclairage et les ombres portées, augmentent l'impression de réalité des lieux.

c. Fiche d'une œuvre de Petrona Viera (1920). Plusieurs modules accompagnent chaque œuvre : auteur, critiques, vidéos, etc. Le MUVA permet aussi de zoomer jusqu'à 200 % et de changer la couleur du fond, modifiant ainsi la perception de l'œuvre. Le dernier module permet d'enregistrer et de comparer des œuvres, de les commenter et de partager les commentaires entre visiteurs du musée.

AK SARAY (OUBÉKISTAN) : CONSERVATION D'UN SITE DE LA LISTE DU PATRIMOINE MONDIAL

*Élaboration d'une base de données analytiques et création
d'un prototype de « musée » virtuel de la culture timouride*

Chapitre 5

I. Ak Saray : Programme de conservation d'un site de la Liste du Patrimoine Mondial

II. Base de données analytiques pour la conservation des bassins glaçurés de l'Ak Saray

III. Shacultim : un prototype de musée virtuel de la culture Timouride

Note : les termes suivis d'un astérisque (*) sont définis dans le glossaire.

I. Programme « Ak Saray » de conservation d'un site de la Liste du Patrimoine Mondial

En 2007 et 2008, dans le cadre des politiques de « coopération décentralisée » du Conseil Général de la Dordogne et de « l'aide à des initiatives de solidarité internationale » du Conseil Régional d'Aquitaine, des échanges Franco-Ouzbeks, établis depuis 1998 par des associations, entreprises et universités, prirent la forme concrète d'un projet de conservation. Il s'agit de protéger d'une dégradation rapide les pavements et parements de bassins en céramique glaçurée du palais de l'Ak Saray (« Palais Blanc ») construit entre 1380 et 1404 ap J.C. par l'empereur Timour, dans sa ville natale de Shahrisabz à 70 km de Samarcande (Ouzbékistan actuel). Cet ensemble unique de 600 m² de céramiques glaçurées monochromes et polychrome, non restauré, est menacé par l'impact du changement climatique (humidité, gel, neige, amplitude thermique de 80°C,...). Pour essayer de sauver ce patrimoine, plusieurs missions d'expertises ont été effectuées, évaluant l'état de conservation des pavements, les matériaux ainsi que les techniques de conservation locales, qui permettraient de concilier conservation et formation lors des futurs travaux sur ce site classé en 2000 sur la Liste du Patrimoine Mondial.

Mots clés : Ak Saray ; Conservation ; Ouzbékistan ; Dordogne ; Aquitaine ; Céramique glaçurée ; Shahrisabz ; Architecture, Timouride ; Coopération.

1. Origine et contexte du programme de conservation.

C'est en **2007** et 2008, dans le cadre des politiques de « coopération décentralisée » du **Conseil Général de la Dordogne** et du **Conseil Régional d'Aquitaine**, que les échanges **Franco-Ouzbeks**, établis depuis 1998, prirent la forme concrète d'un projet de **conservation**.

En mai 2007, l'entrevue, au **Ministère de la Culture** à Tachkent, entre une délégation¹ conduite par le Pr. Max Schvoerer (Pres. Asso. « FER-PACT ») et le Vice-ministre de la Culture de la République d'Ouzbékistan, M. Azamat Haydarov, avait été préparée avec l'un des animateurs du **Groupe Ouzbek** homologue de l'association, M. Nabi Kushvaqtov, Directeur du musée Amir Temur de **Shahrisabz**, ville natale de Timour. Il avait été convenu que la coopération se développerait conformément aux priorités du pays, en matière de préservation et valorisation de son patrimoine culturel.

Confronté au problème de gérer quelque 8 000 sites, dont près de 2 000 dans la seule Province du Kashkadarya, M. Haydarov suggéra que les efforts portent sur un acte conservatoire. Il proposa de travailler sur un ou plusieurs édifices de Shahrisabz, l'une des principales cités du **Kashkadarya**. En fonction de contraintes scientifiques, techniques et financières, les experts présents² sur le site en mai 2007, penchèrent pour la conservation d'une partie du palais, représentant 600 m² de revêtements de céramiques glaçurées mis au jour au pied des pylônes de l'**Ak Saray** (XIV-XV^{ème} s ap J.C.). Un second groupe d'experts,

¹ La délégation représentait l'association « Sciences et Patrimoine » (FER-PACT), le CRP2A (IRAMAT, UMR 5060) de l'Université de Bordeaux 3 – CNRS et le Groupe Ouzbek pour la valorisation du patrimoine Timouride.

² M. Miguel Calado et Mlle Céline Ollagnier (céramiques), MM. Pierre Bergoin (liants à base de chaux), Richard Boyer (conservation d'édifices anciens), Mme Marie-Thérèse Nuyts-Lavialle (coopération avec l'artisanat et l'industrie).

qui intervint en **octobre 2007**³ confirma la pertinence du choix précédent. On va mesurer à quel point ce choix fut judicieux.

En effet, en **septembre 2008** un troisième⁴ groupe d'experts se rendit sur le site et constata qu'un événement s'était produit entre temps, accentuant la **désagrégation** des mortiers et provoquant le détachement et l'émiettement des glaçures. Selon les responsables locaux du site (MM. Ravchan Kodirov et Nabi Kushvaqto'v) cette dégradation résulte de la succession de l'automne 2007 très pluvieux et du mois de janvier extrêmement froid : - 35°C, durant plusieurs semaines. Le caractère exceptionnel de cette situation extrême les amène à penser que ces dégradations résultent du **changement climatique** global.

Le dossier du projet, instruit en 2007, 2008 et 2009, grâce au travail des **experts** internationaux successifs (**Ouzbékistan, France, Iran**) est, en 2010, sur le point de se transformer en « programme », à l'initiative du **Conseil Général de la Dordogne**, dont le Président, le Sénateur **Bernard Cazeau**, se rendit sur place avec plusieurs de ses collaborateurs⁵ du 4 au 11 **mai 2010**. En effet, celui-ci prévoit la signature à l'automne 2010, d'une convention entre le Conseil Général et l'association qui impliquera les autorités nationales et locales, ainsi que la Section du Patrimoine Mondial de l'**Unesco**.

Cet ensemble est **unique**, car il s'agit des seuls pavements et bassins glaçurés de l'époque timouride conservés *in situ* et non récemment restaurés. Il fait partie, comme le reste de la ville ancienne de Shahrissabz de la **Liste du Patrimoine Mondial** depuis 2000. Bien que découvert antérieurement par les archéologues, l'ensemble n'a été dégagé qu'en 2000 dans le cadre de la réhabilitation des jardins entourant les vestiges du palais (le « Parc de la Victoire »).

Note : En septembre 2007, le Conseil Général de la Dordogne a accueilli, sous la conduite de M. Miguel Calado, notamment à Bussière Badil (production céramique), à Saint-Astier (production de mortiers) et à Marsac-sur-l'Isle (conservation), cinq professionnels Ouzbeks de la conservation, invités à prendre connaissance de technologies locales innovantes, présentant un haut niveau d'efficacité. Réciproquement, trois professionnels «aquitains», ont fait le voyage dans l'autre sens, en octobre 2007.

2. Quelques observations relatives aux pratiques locales de conservation de sites timourides (Boukhara, Samarcande, Shahrissabz, Tachkent)

Cette analyse n'est pas exhaustive. Elle donne seulement un aperçu des notions de conservation et de restauration en Ouzbékistan, ainsi que leur application aux matériaux et sites du patrimoine culturel timouride. Elle a été réalisée avec l'aide d'experts, pour évaluer la faisabilité du projet de conservation / restauration des revêtements de céramiques glaçurées de l'Ak Saray.

2.1. Un constat : une conception particulière de la conservation en Ouzbékistan

Les missions de terrain ont mis en évidence l'**absence d'ateliers de conservation** et de **restauration** au sens où on l'entend en Europe. Un certain nombre de techniciens ont des connaissances sur les matériaux anciens et leur composition, mais pas sur leur compatibilité

³ M. Benoist Postel-Vinay (conservation des revêtements de céramiques), M. Michel Gardelle (céramiques glaçurées)

⁴ MM. Alain Billard et Nils Schvoerer-Ney (architecture et risque sismique), Firouz Bagherzadeh (muséologie).

⁵ Mme Valérie Chamouton (Affaires Européennes et coopération décentralisée), MM. Daniel Fenaux (Emploi et Finances) et Bernard Noel (Culture et Éducation).

avec des matériaux modernes permettant de réaliser des travaux pérennes. Le travail de restauration est effectué par des intervenants dont ce n'est généralement pas la spécialité, ce qui entraîne des **aberrations** quant au choix de certains matériaux incompatibles entre eux (plâtre et ciment, fer à béton, etc.) (fig 152a) et l'**oubli** de paramètres primordiaux pour la survie des bâtiments (étanchéité des toitures, drainage, etc.) (Boyer, 2007).

Les entités en charge du patrimoine architectural ouzbek sont proches de leur équivalent français (régions, départements), mais il y a **peu d'unité** dans leurs modes d'intervention, ce qui implique que les travaux sont réalisés en fonction des capacités (techniques et financières) des autorités locales (fig 152b, c). Dans de rares cas, celles-ci sont effectuées en suivant les chartes de la restauration européenne (Boyer, 2007) (*voir, doc comple*).

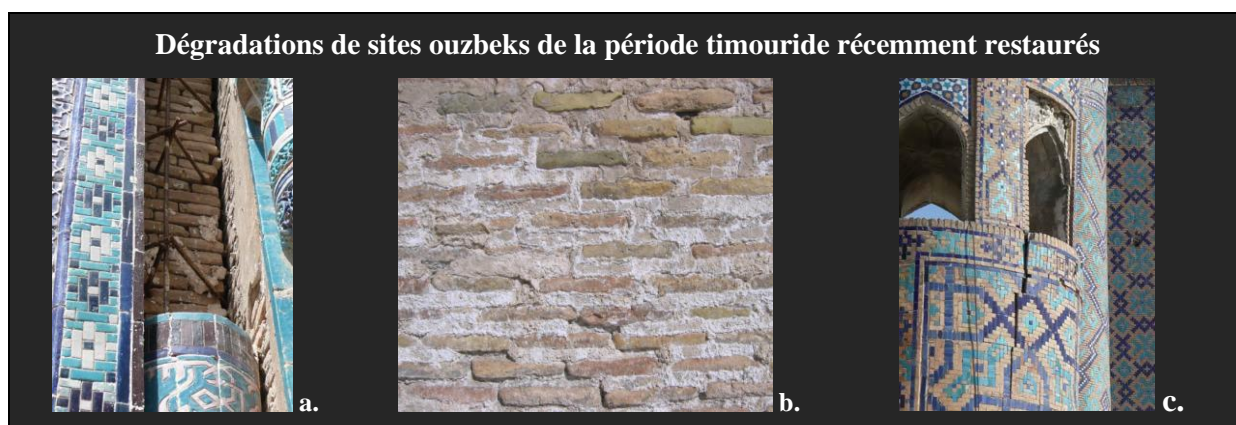


Figure n 152 : a. Fer à béton servant d'armature au pilastre d'un mausolée de la nécropole Shae Zinda à Samarcande (XIV^{ème} s ap J.C.). L'humidité du plâtre a oxydé le fer à béton, entraînant la dislocation du mortier et du parement glaçuré. (ph :C.Ollagnier, 2007).

b. Détail d'un mur du mausolée Buyon Kulixon (XIV^{ème} s ap J.C.) à Boukhara. Après sa restauration, le drainage des eaux d'infiltration a été négligé, provoquant des remontées d'humidité jusqu'à 1.5 m. de hauteur, chargée de sels dissous qui précipitent entre les briques sous forme d'efflorescences salines. (ph : C.Ollagnier).

c. Les fissurations d'une tour de la Medersa Tilya Kori (XVII^{ème} s ap J.C.) à Samarcande, sont les conséquences d'un problème structurel que la restauration n'a pas corrigé, mais a accentué. (ph : R.Boyer, 2007).

2.2. Quelques données sur les entreprises et laboratoires spécialisés vis-à-vis de la conservation du patrimoine culturel en Ouzbékistan

On trouve deux catégories d'entreprises et de laboratoires qui cohabitent.

L'une **survit** depuis la **période soviétique** et décline depuis l'Indépendance (1991) au fur et à mesure que les équipements « soviétiques » (fours, presses, broyeurs, etc.) tombent en panne et ne sont pas réparés, faute de pièces de rechange. Il en est de même pour les matériaux qui s'épuisent (ou se périment) et ne sont pas rachetés faute de moyens (fig 153a). Enfin, le savoir-faire disparaît avec le départ ou le vieillissement du personnel bien formé à l'origine (par les soviétiques), et l'impossibilité de transmission de ce savoir-faire faute de successeurs qualifiés (Nuyts-Lavialle, 2007).

L'autre catégorie émerge à l'initiative de personnes ayant su s'**adapter** et/ou investir dans des moyens industriels (fours tunnels, broyeurs à calcaire, etc.). Le but étant de produire des objets usuels en quantité avec une main d'œuvre peu qualifiée sans dépense « inutile », notamment... en recherche (fig 153b).

Les débouchés pour l'industrie de qualité existent, le besoin, en particulier architectural, étant évident (carreaux, briques, mortiers, etc.). Les entreprises manquent encore

de main d'œuvre et/ou de responsables qualifiés, ainsi que de moyens pour réaliser une production de qualité en investissant en recherche et développement (Nuyts-Lavialle, 2007).



Figure n 153 : a. laboratoire de l'Institut d'Archéologie de Samarcande. Les produits chimiques employés datent pour la plupart de la période soviétique, comme l'indique certaines étiquettes (la vignette indique 1968). Il en est de même pour la plupart du matériel toujours utilisé par l'Institut qui dispose de moyens insuffisants pour en assurer le renouvellement (ph : Ollagnier, 2007).

b. Four à céramique de l'entreprise Ijod-Ijod à Tachkent. Cette entreprise au matériel récent et efficace produit environ 90 % des céramiques (glaçurées ou non) employées en Ouzbékistan pour la restauration (ph : Ollagnier, 2007).

2.3. Production de briques et de céramiques glaçurées pour la conservation

Les céramiques et briques fabriquées dans les entreprises ouzbèkes ont souvent des défauts d'aspect ou de conception qui pourraient être corrigés par un changement de méthodologie. Le manque de cadres techniques, du fait de la rupture de transmission des savoir-faire en 1991, entraîne un préjudice certain pour le patrimoine culturel. (Calado, 2007).

On constate souvent que le **support céramique** (carreaux, briques) présente une **trop grande porosité**, ce qui facilite l'absorption d'eau et de sels nocifs pour les bâtiments (quand les sels ne sont pas déjà présents dans l'argile). Pour corriger cette porosité, il faudrait augmenter la température de cuisson ce qui fermerait partiellement les pores. Le céramiste ne doit pas non plus tomber dans l'excès inverse (fermeture totale), ce qui l'empêcherait de glaçurer correctement ses objets (Gardelle, 2007).

La **glaçure** (blanche ou colorée) présente aussi des défauts, notamment un **coefficient de dilatation** trop éloigné de celui de la terre cuite, ce qui entraîne des fractures dans la couche de verre et à court ou moyen terme son détachement (fig 154a,b et c). Cette glaçure est actuellement souvent préparée avec des déchets de verre de compositions variées (bouteilles, vitrage, etc.) d'où les problèmes de dilatation avec le support. Certains céramistes emploient encore des fondants traditionnels à base de cendres végétales (ishkor*, etc.), mais ils sont peu nombreux pour s'engager dans des programmes importants.

Les **décorés peints** présentent les **mêmes défauts**, car il s'agit le plus souvent de glaçures colorées. Ils sont toutefois bien plus sensibles que les glaçures, car posés sur celles-ci. Il en est de même pour les décors de type **mo'arraq** qui sont des fragments de céramiques glaçurées inclus dans du mortier. Dans ce cas l'altération se fait fragment par fragment soit par la surface, soit par les infiltrations dans le mortier.

Une **formation professionnelle adaptée** aux matériaux et au contexte local, ainsi qu'un suivi technique permettraient de compléter les connaissances des praticiens et d'éviter les défauts récurrents constatés par les experts sur de nombreuses productions actuelles (Calado, 2007 ; Gardelle, 2007).

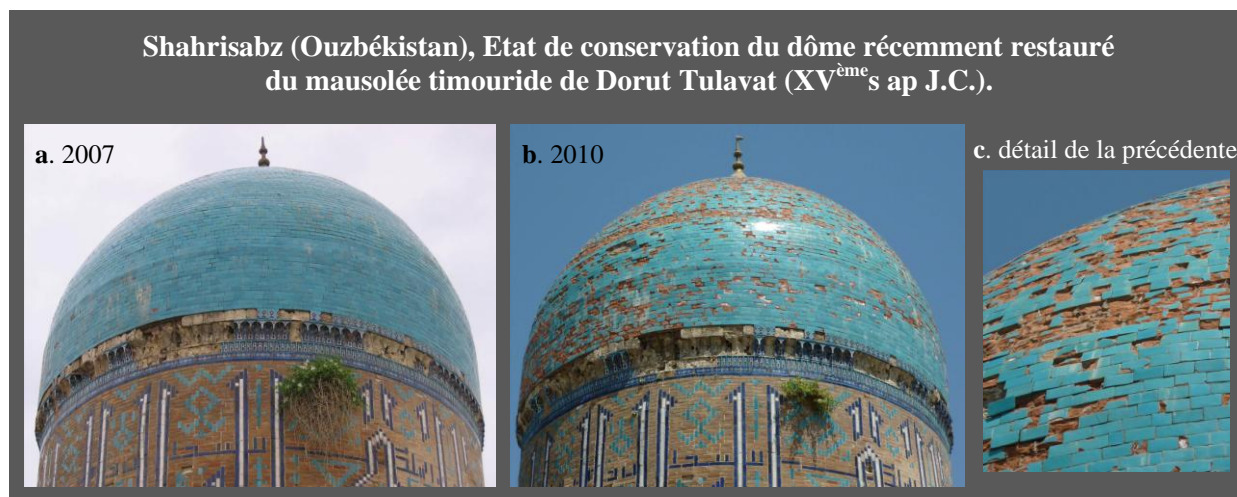


Figure n 154 : a. En 2007 le dôme est recouvert depuis quelques années de carreaux de céramique bleu turquoise réalisés par un artisan de la ville. Quelques muqarnas se sont détachés du tambour à cause de leur poids, mal compensé par un mortier de plâtre (ph : C. Ollagnier, 2007).

b et c. En 2010 on peut estimer qu'entre un tiers et la moitié des glaçures turquoise sont ou vont se détacher de la terre cuite, suite aux différences de coefficients de dilatation terre/glaçure qui arc-boutent la glaçure jusqu'à ce qu'elle se brise et/ou se détache. La terre cuite étant très poreuse, l'humidité et les sels contenus dans le mortier et l'eau de ruissellement y pénètrent, ce qui augmente la rapidité de la dégradation (C. Ollagnier, 2010).

2.4. Fabrication et utilisation des mortiers : une surprise, le plâtre

On constate que les entrepreneurs ouzbeks ne connaissent et n'utilisent pas ou peu les **liants** à base de **chaux** dans la conservation et la restauration des monuments historiques, mais plutôt du **plâtre** ou des **ciments** tout prêts souvent importés (Turquie, Chine, etc.). Certaines entreprises artisanales pourtant équipées pour produire de la chaux, ne fabriquent pas, selon nos experts, des produits fiables (fig 155a), à cause d'une méconnaissance des techniques. Le calcaire est souvent mal ou peu chauffé, ou bien la chaux vive partiellement éteinte, rendant seulement une partie du produit final exploitable (Bergoin, 2007).

Cela se traduit sur le terrain par des **pratiques aberrantes**, comme la mise en œuvre de ciment avec du plâtre, qu'il s'agisse de construire, conserver ou restaurer murs, dômes ou voûtes, ce qui fragilise à moyen voir à court terme les bâtiments (fig 155b). Dans des conditions d'humidité (remontées capillaires, eau de ruissellement, nappe phréatique proche, etc.), des **gonflements** vont se produire au niveau des mortiers ce qui provoque la déformation puis la chute ou l'**éclatement** des parements de briques glaçurées, notamment les mo'arraq qui ont plus de surface en contact avec le mortier (fig 155c).

Lors des restaurations, l'épaisseur du plâtre mis en œuvre (de l'ordre de la dizaine de centimètres), fini par cisailer le support, les deux éléments se décollant, ce qui entraîne rapidement la dégradation du parement. Il est à noter que les panneaux ou fragments qui se détachent, peuvent selon leur dimension, leur poids et leur emplacement être dangereux pour les visiteurs ou employés du site.

La **solubilité** du carbonate de calcium qui compose la **chaux**, étant **10 000 fois inférieure** à celle du **plâtre**, une addition de chaux dans le plâtre même en faible teneur, permettrait d'augmenter fortement la résistance des mortiers employés à la lixiviation. Cet acte simple ne nécessite que peu d'apprentissage et de technicité, ce qui pourrait faciliter la dissémination de la technique (Bergoin, 2007).

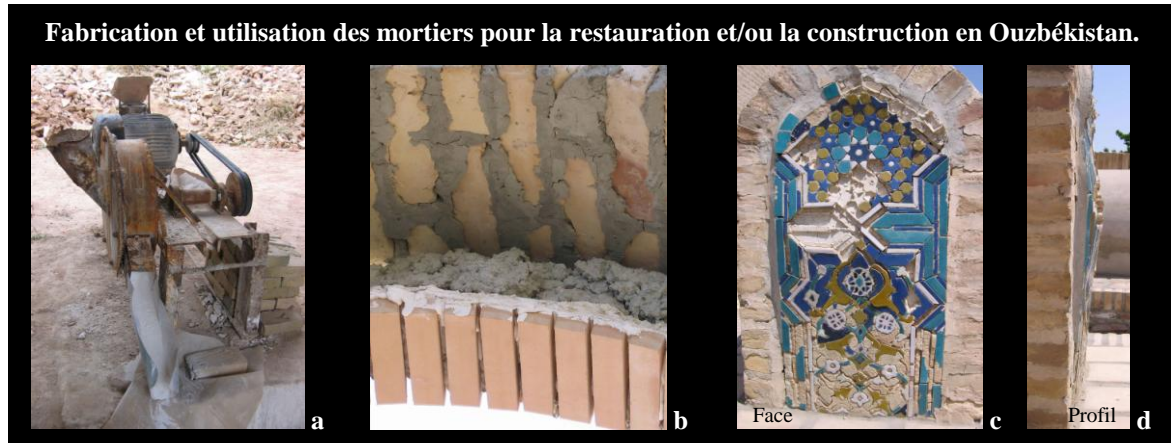


Figure n 155 : a. Broyeur à chaux d'une entreprise de Shahrizabz. L'appareil acheté d'occasion produit une chaux de qualité moyenne, les blocs massifs de calcaire employés n'ayant pas été suffisamment chauffés. b. Détail de la construction d'un bâtiment à Boukhara. La voûte observée est composée de deux arcs superposés espacés d'une dizaine de centimètres. L'arc supérieur a été jointé au ciment, l'inférieur au plâtre. Le vide entre les structures est comblé le plus souvent par du ciment, voir un mélange des deux produits (ph. C. Ollagnier). c et d. Panneau de mo'arraq d'une tombe de la nécropole Chor Bakr (XV-XVI^{ème} s ap J.C.) à Boukhara. Des éléments se sont détachés à cause des pressions effectuées par le gonflement du mortier de plâtre et du ciment sous-jacent (ph. C. Ollagnier, 2007).

3. Diagnostic des revêtements de céramique glaçurée de la zone des bassins et pavements de l'Ak Saray.

Un «diagnostic» de l'état des revêtements de céramiques glaçurées et des mortiers du site a été réalisé, pour évaluer leur état de conservation.

3.1. Historique des pavements et bassins glaçurés

En 1973-74 l'équipe archéologique de **Khayrilla Sultanov** (Дресвянская *et al*, 1993) a mis au jour environ 600 m² de pavements et bassins décorés de carreaux de céramique glaçurée, enfouis sous 1.5 à 2 m de **sédiment**. Trois zones ont été dégagées à l'intérieur du palais : deux au pied du pylône Ouest, la troisième au pied du pylône Est. Au terme des sondages, les pavements ont été recouverts afin de les préserver. Ils furent ensuite remis au jour au début des années 2000 et des espaces aménagés (bordures consolidées, couverture en matériau plastique transparent, etc.).

Ces carreaux sont mentionnés par R. Gonzalez de **Clavijo** (Kehren, 2006) qui signale dans son compte-rendu de mission, que passé le portail monumental (pylônes) se trouvait une grande cour dallée de carreaux glaçurés (*voir texte en doc. complémentaire*) et comportant une fontaine. Aucun plan fiable de l'Ak Saray n'étant connu à l'heure actuelle, il est difficile d'interpréter l'organisation et les motifs de ces ensembles de pavements et de bassins glaçurés. Les désordres subis, les déformations du sol et le mauvais état de conservation d'une majorité de carreaux actuellement visibles, en diminuant encore plus la lisibilité.

3.2. Les carreaux

Les carreaux ont des **formes** (rectangles, carrés, croix de Salomon, croix de David, etc.) (fig 156a) et des **dimensions** variées (de 3 à 40 cm de côté) selon leur emplacement (angle, bordure, etc.) et les tapis de motifs qu'ils dessinent (fig 156b) (*voir l'étude consacrée aux carreaux de l'Ark Saray conservés au musée*). Les glaçures qui forment le plus souvent le décor, sont majoritairement de couleur **blanche, turquoise et bleu** (fig 156a,b). Le jaune, l'orange, le violet, le noir le vert et le rouge sont aussi présents mais sous forme de petites touches, notamment pour délimiter des zones sur les carreaux qui forment les bordures verticales des bassins (fig 156c). Le lustre métallique est absent à ce niveau (fig 156d).

Diverses techniques décoratives ont été employées, telles que le **moulage**, l'**estampage** (fig 156a) et décors peints (fig 156d). La diversité des couleurs et des techniques est un indicateur technologique d'une production soignée, destinée dans ici à un souverain qui voulait impressionner ses invités. Plusieurs paramètres en font un patrimoine unique :

- La présence de carreaux à **décor rouge** au fer Fe^{3+} , couleur très difficile à produire car le métal ne doit pas être réduit à l'état Fe^{2+} (changement de teinte) (fig 156d). Cette technique se retrouve par petites touches sur des plats d'Afrasiab*, datant d'avant 1220 ap J.C. (attaque de Gengis-Khan) A notre connaissance il s'agit ici de l'une des premières applications de cette couleur sur des céramiques glaçurées de l'architecture.

- La présence de **grands carreaux** de 40 x 40 x 3 cm (fig 156e), représente de très grandes dimensions car à l'époque, les valeurs moyennes varient généralement de 10 à 15 cm de côté. Fabriquer de tels carreaux nécessite une grande quantité de matière (plusieurs kg par carreau), des fours de grand volume et surtout un excellente maîtrise de la ou des cuissons nécessaires à leur réalisation. Ces carreaux servaient semble t-il à créer des délimitations, notamment au niveau des bassins.

- Certains carreaux percés en leur centre laissent penser qu'il y avait des **citernes** et peut être aussi des **fontaines** (Kehren, 2006). Cet ensemble comporte des pavements ainsi que des **bassins** clairement identifiés comme tels (fig 156f,g). La déformation du sol ne permet pas de déterminer si les pavements étaient légèrement inclinés, se comportant comme un ensemble de bassins à déversoir ou de miroirs d'eau. On imagine la recherche d'effets chromatiques remarquables sous une fine couche d'eau.

Certains carreaux ont manifestement été rapportés à une époque indéterminée. Leur forme, technique décorative ou/et couleurs ne correspondant pas aux carreaux environnants. Il pourrait s'agir d'ajouts postérieurs ou de réparations, le palais ayant fonctionné durant près de 150 ans (Bacqué-Grammont, 1980) (fig 156h).

3.3. État général de conservation

Les carreaux ont été dégagés sur trois zones en **mauvais état de conservation**. Les mortiers (pose et jointure) et les terres cuites se désagrègent à cause des cycles gel-dégel et de l'**humidité** du sol (fig 157a,b). Les terres cuites sont souvent gorgées de **sels** dont la cristallisation provoque des fissurations. Ces sels s'accumulent aussi à l'interface terre-cuite/glaçure, disloquant la glaçure ou s'infiltrant par ses nombreuses **tressaillures**, amplifiant les effets de l'**altération** atmosphérique (fig 157a à e). Cette dernière attaque préférentiellement les décors, les opacifiant ou les désagréant (fig 157f).

On estime que **1 à 2%** des carreaux sont **intacts** (fig 158) (Postel-Vinay, 2007). Il faut aussi prendre en compte d'importantes **déformations du sol** (humidité et sismicité) sur lequel reposent les carreaux, disloquant davantage les mortiers (fig 158e,f). À court terme, c'est la pérennité entière de l'œuvre qui est menacée par des carreaux fracturés et altérés.

Shahrisabz (Ouzbékistan) Aperçu des pavements et bassins glaçurés situés au pied des pylônes de l'entrée de l'AK Saray (XIV-XVème s ap J.C.)

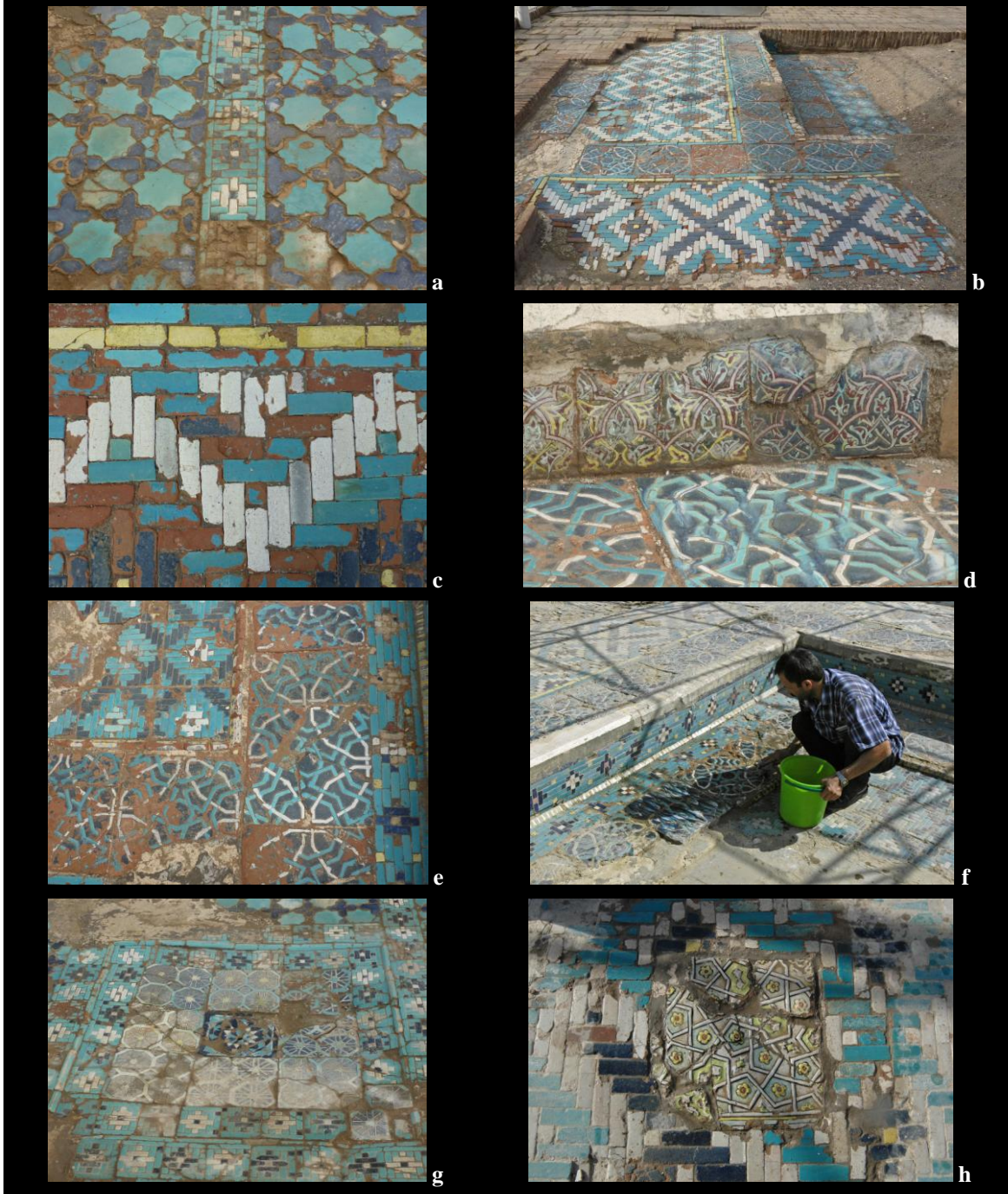


Figure n 156 : a. Les carreaux à glaçure turquoise ont la forme d'étoiles, placées en alternance avec des carreaux bleus en forme de croix. Pour délimiter deux zones on a placé une bande de carreaux moulés blancs, turquoise et bleu. b. Tapis de carreaux de mêmes dimensions et couleurs formant différents motifs géométriques. Là encore, ils sont délimités par des carreaux d'un autre type, toujours bien distinct. c. Les carreaux à glaçure jaune forment une bordure qui contraste nettement avec le bleu et le blanc. d. Bordure verticale polychrome d'un bassin. Contrairement à la majorité des carreaux, ceux-ci sont peints et présentent du jaune et du rouge. e. Carreaux moulés de 40 x 40 cm dans leur contexte de bordure. On ne les retrouve qu'autour et dans l'un des bassins, le mettant en valeur. f. Humectation des carreaux d'un bassin par le D^r Babour Aminov, pour accroître la saturation des teintes. g. Sous le carreau central percé, se trouve un vide de 1.25 m qui pourrait correspondre à une citerne. h. Ce carreau à motifs de fleurs jaunes et rouges, qui semble hors contexte est certainement un ajout tardif. (ph : C.Ollagnier, sauf f et d : M.Schvoerer)

Shahrisabz (Ouzbékistan) Altérations et déformations des pavements et bassins glaçurés situés au pied des pylônes de l'entrée de l'AK Saray (XIV-XV^{ème} s ap J.C.)

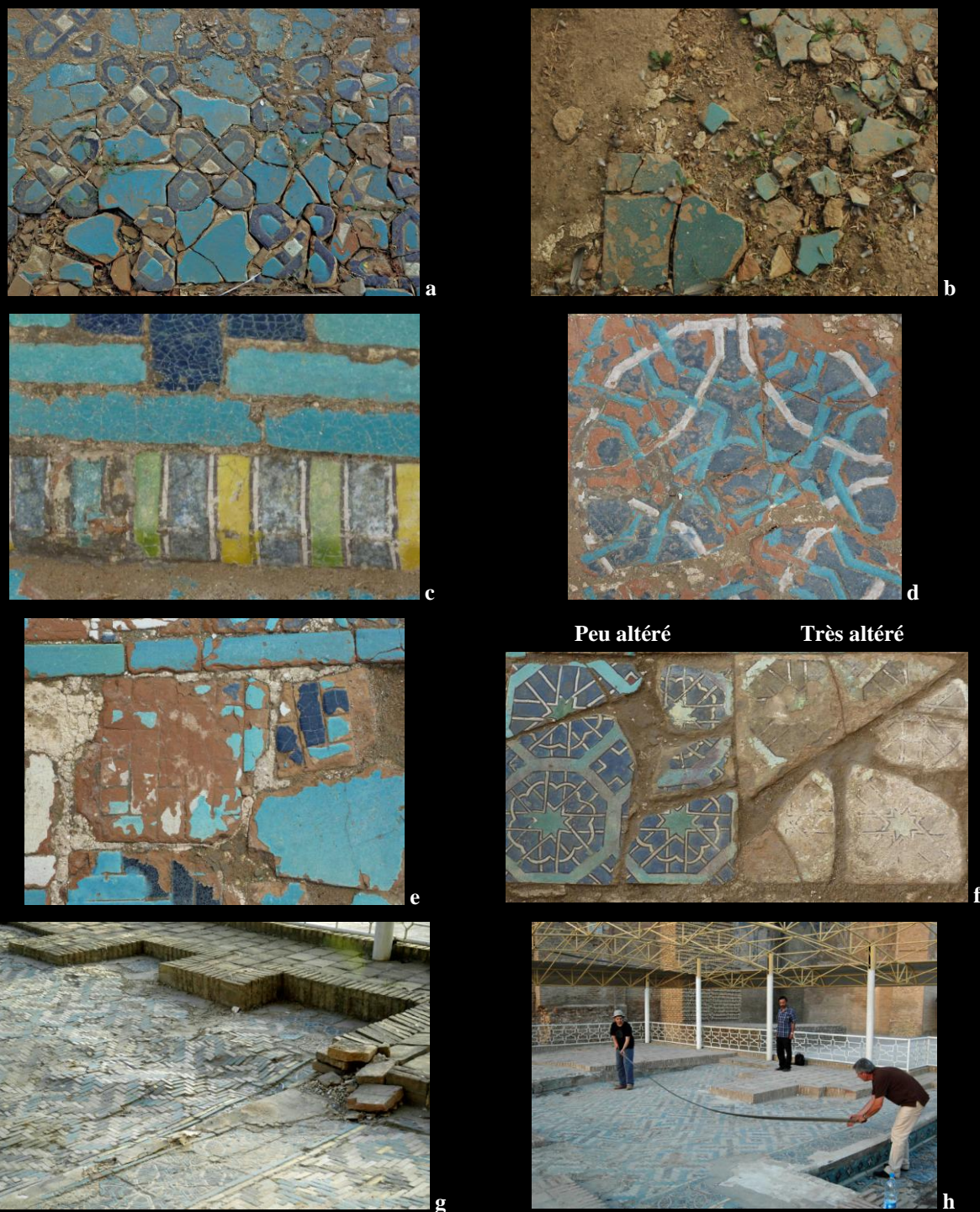


Figure n 157 : *a.* Altération d'un tapis de carreaux. L'humidité altère les carreaux de l'extérieur vers l'intérieur, désagrégeant petit à petit mortier et support céramique. *b.* Dans certaines zones, le mortier de pose à complètement disparu, ne laissant en place que quelques fragments de carreaux. *c, d et e.* Les sels (*c*) qui s'accumulent à l'interface terre-cuite glaçure ou dans la glaçure et ne peuvent s'évacuer hormis par les tressaillures (*d*), cristallisent en période sèche, ce qui crée des dislocations dans la glaçure, parfois jusqu'à provoquer le décollement de la couche vitreuse (*e*). *f.* L'eau de ruissellement contient aussi des sels qui altèrent les décors les opacifiant progressivement. *g, h.* Déformation du sol du pavement Ouest, nettement observable (*g*) et mesurable (de G à D : N. Schvoerer-Ney, B.Aminov et P.Palem) (*h*). Elle peut résulter de l'humidité différentielle du sol ou de la sismicité. (ph. C.Ollagnier et h : M.Schvoerer).

Shahrisabz (Ouzbékistan), Relevé (Postel-Vinay, 2007) du pavement au pied du pylône Est.

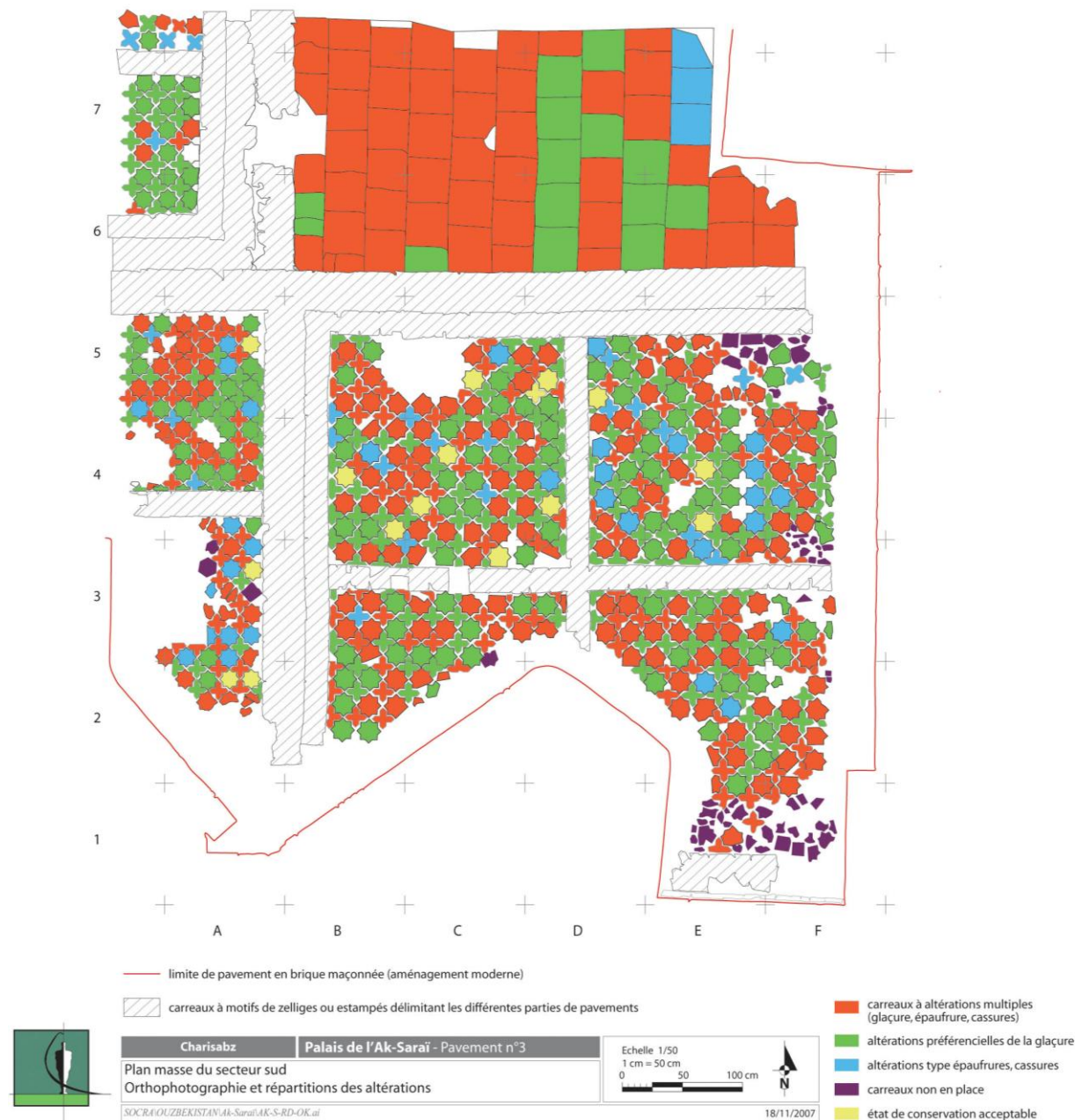


Figure n 158 : Ce plan présente la disposition des carreaux, leurs formes ainsi que les altérations qu'ils présentent. On constate que les carreaux s'ordonnent en tapis rectangulaires ou carrés, qui devaient former un motif géométrique, peut être axé sur une fontaine centrale comme le mentionne R.Clavijo dans son récit de voyage (Kehren, 2006).

Environ pour moitié, les carreaux présentent des altérations multiples (cassures, défauts, altérations) (figurés en rouge).

Viennent ensuite les carreaux avec une altération préférentielle de la glaçure (vert) et les carreaux présentant des cassures (bleu).

On constate aussi dans certains angles la présence de carreaux non en place (violet) qui ont dû être récupérés ailleurs et placés ici pour compléter l'ensemble.

Au total, seuls 1 à 2 % des carreaux sont dans un bon état de conservation.

3.4. Facteurs d'altération des pavements et bassins

Plusieurs facteurs combinés semblent être à l'origine de la dégradation rapide des revêtements glaçurés de la zone des bassins. Le premier est le facteur **météorologique** : la ville de Shahrissabz étant située dans une région au climat **continental**, avec une amplitude thermique de l'ordre de 70°C entre été et hiver. Le printemps est pluvieux, l'été très chaud (+50°C), l'automne normalement peu pluvieux et l'hiver froid (-20°C) avec des cycles gel/dégel.

Les matériaux choisis par les bâtisseurs timourides étaient conçus pour résister à de telles températures et les bâtiments entretenus régulièrement. Malheureusement, combiné avec le changement climatique en cours et à l'humidité du sol, ce cycle thermique devient l'un des principaux facteurs responsables de l'accélération du processus d'altération (Postel-Vinay, 2007 ; Communication privée, 2008a et b).

Comme nous l'avons exposé précédemment, le **changement climatique** qui touche l'Ouzbékistan a été nettement perceptible ces dernières années, notamment entre 2007 et 2008. Comme nous l'avons signalé par ailleurs, l'automne 2007 **anormalement pluvieux**, a été suivi par un **hiver rigoureux** et neigeux, les températures descendant jusqu'à -35°C dans la région de Shahrissabz, durant plusieurs semaines. Lors du dégel (gel, neige), l'eau s'est accumulée dans un sous-sol déjà saturé par les pluies d'automne (Ollagnier et Schvoerer, 2010).

L'**eau**, l'**humidité** et la **température** sont certainement les facteurs les plus problématiques du site. Les pluies et eaux issues de la fonte des neiges, sont actuellement collectées par un système de drainage mal réalisé (gouttières au pied des pylônes, etc.) ou non entretenu. Faute de caniveau, les liquides s'écoulent et s'insinuent dans les murs de brique cuite. Le site ayant été récemment pavé de dalles de ciment, l'eau ne peut s'évacuer qu'en s'infiltrant à la base des pylônes, bassins et pavements. Presque partout, on remarque des **efflorescences** salines (nitrates, sulfates, chlorures, etc.) qui dégradent les matériaux lors de la croissance des cristaux (détachements, effritements, etc.) et/ou de la lixiviation des alcalins de la glaçure, fragilisant la couche vitreuse porteuse de décor.

3.5. Une solution temporaire

En raison de l'importance des altérations (fractures dans les supports céramiques, décollement de glaçures, etc.) constatées en septembre 2008 et du retrait des toitures de plastique protectrices à la même époque, nous avons suggéré une **solution temporaire de protection** aux autorités locales. Il fallait un moyen efficace, peu coûteux et facile à mettre en application : on a donc recommandé de répandre une épaisse couche de sable (environ 15 cm) sur les céramiques (fig 159a), hormis quelques mètres carrés pour le plaisir des visiteurs (fig 159b). Le sable protège les carreaux du soleil, évite leur assèchement en conservant une légère hygrométrie, évite une pénétration trop importante de l'eau qu'elle soit liquide ou solide et limite l'amplitude thermique mise en cause précédemment.

Une fraction des pavements dégagée en mai 2010, a permis de constater que la vitesse d'**altération** a **diminuée**, le sable remplissant parfaitement son rôle protecteur, du-moins provisoirement. Cette couche fonctionne comme le milieu d'enfouissement dans lequel le pavement se trouvait avant sa mise au jour, période à laquelle il a été à nouveau soumis aux éléments extérieurs bien plus agressifs que le sous-sol. Comme pour de nombreux sites de par le monde (Pompéi, Stabia, La sauve Majeure, etc.), le meilleur moyen de conserver le pavement aurait été de ne pas le mettre au jour... Malheureusement le changement climatique en cours et la remontée de la nappe phréatique du site auraient fini par avoir raison de cet ensemble unique.



Figure n 159 : Protection en septembre 2008, à l'aide de sable, de la zone des bassins et pavements glaçurés du palais de l'Ak Saray, en vue de les protéger des écarts thermiques excessifs et de l'eau (neige, eau liquide, glace).

a. Zone Sud-Ouest en cours de recouvrement (ph. C.Ollagnier).

b. Zone Sud-est recouverte d'une couche d'environ 15 cm de sable. Un mètre carré n'a pas été recouvert pour que les visiteurs puissent se faire une idée de l'ensemble (début octobre 2008) (ph. C.Ollagnier).

3.6. Sécurité des intervenants : appréciation du risque d'instabilité des pylônes du palais de l'Ak Saray et conséquences sur les bassins et les pavements glaçurés situés au pied de l'édifice.

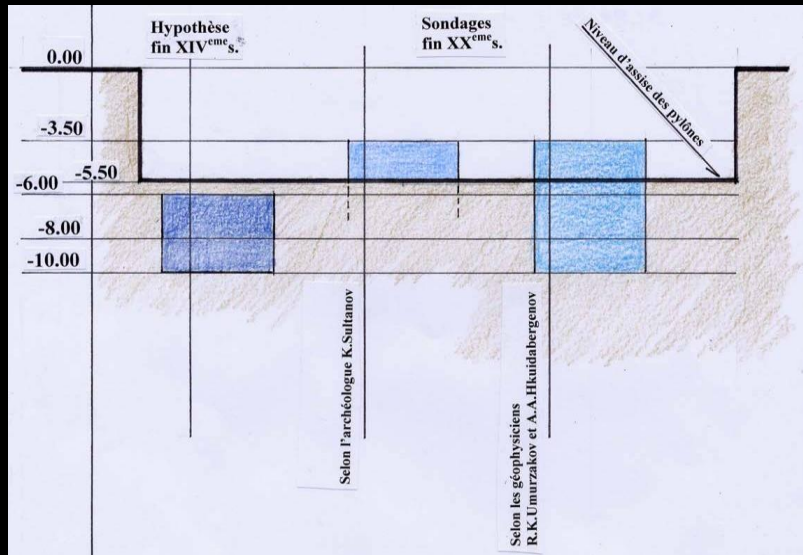
Conserver et restaurer, implique la présence d'être humains sur le site, pendant une longue durée. En plus d'évaluer l'état de conservation, une expertise concernant la **sécurité** du personnel à été effectuée, notamment vis-à-vis de la **sismicité**, récurrente en Asie centrale.

Les « interventions » antérieures récentes effectuées sur les pylônes et les bassins (renforcements, calfeutrements, etc.) pour des raisons politiques et/ou touristiques donnent l'illusion d'un bâtiment non affecté par le passage du temps, ce qui est loin d'être le cas (Billard et Schvoerer-Ney, 2007).

En effet, la **nappe phréatique** est très proche des structures, sa profondeur variant en moyenne de 9 m de profondeur en été à 3,50 m en hiver (Billard et Schvoerer-Ney, 2007 ; Дресвянская *et al*, 1993). La présence d'un jardin voisin très arrosé et d'un drainage de mauvaise qualité, accentuent les **remontées capillaires** (Communications privées, 2008a et b) (fig 160a). L'eau est aussi présente en quantité sous le pylône Est, celui-ci ayant été construit sur le remblai d'un ruisseau ou d'une fosse (Communication privée, 2008 b). Cette eau **ameublisse le sol** et l'ensemble est alors plus sensible à la sismicité. Elle est aussi responsable des déformations du sol au niveau des pavements et de l'enfoncement léger mais notable, de l'extrémité Sud du pylône Est (fig 160b,c).

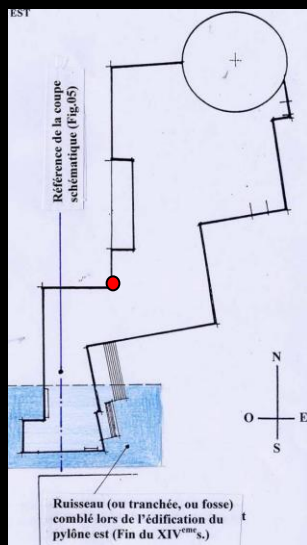
Shahrisabz est victime de manière récurrente de **secousses sismiques** d'une magnitude moyenne de 5 à 6.5 sur l'échelle ouverte de Richter* (fig 160d) (Billard et Schvoerer-Ney, 2007 ; Ulomov, 2008 ; Rashidov, 2008). En cas de séisme de forte intensité, en l'état actuel, les pavements pourraient être disloqués et détruits par un **effondrement** partiel ou total d'un pylône dont le point est estimé à plus de 12000 tonnes chacun. Pour remédier à ces problèmes un drainage efficace et des **reprises** en sous œuvre devraient être effectuées (Billard et Schvoerer-Ney, 2007).

Shahrisabz (Ouzbékistan) Appréciation du risque d'instabilité des pylônes du palais de l'Ak Saray et conséquences sur les bassins glacés : impact de la nappe phréatique et du risque sismique

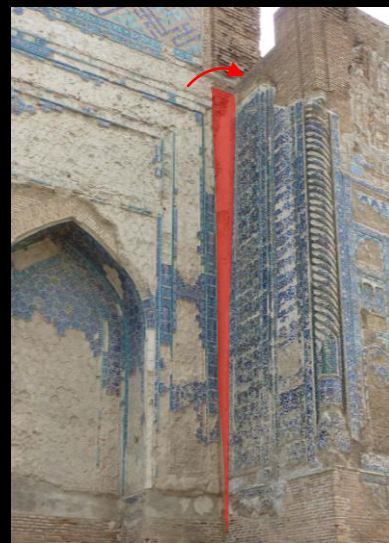


a

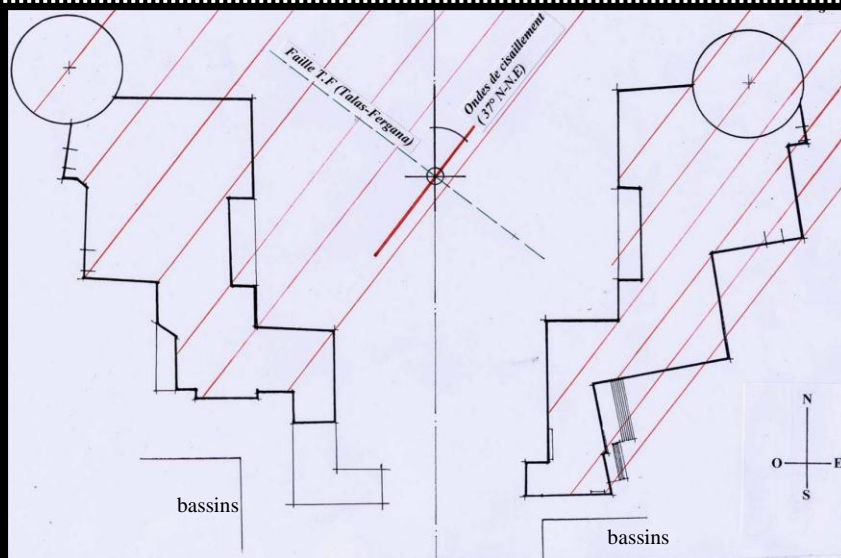
• Inclinaison visible



b



c



d

Figure n 160 : Shahrissabz (Ouzbékistan) Appréciation du risque d'instabilité des pylônes du palais de l'Ak Saray et conséquences sur les bassins glaçurés : impact de la nappe phréatique et du risque sismique

a. schéma de synthèse des fluctuations de la nappe phréatique sous l'Ak Saray. La profondeur varierait de - 9 m en été (selon R.K.Umurzakov de l'Institut de Géophysique de Tachkent) (Umurzakov et Kuidabergenov, 2008) à - 3.5 m en hiver (selon R.K.Umurzakov et K.Sultanov, archéologue). D'après les fouilles le niveau d'assise (fondations) des pylônes se situerait à - 5.5 m, les archéologues ayant rencontré l'eau à cette profondeur. Il est probable qu'il soit en réalité plus profond, l'absence de drainage et l'irrigation ayant du faire monter le niveau de l'eau récemment (Billard et Schvoerer-Ney, 2007).

b. Emplacement de la zone remblayée sous le pylône Est selon R.K.Umurzakov (en bleu) (Umurzakov et Kuidabergenov, 2008). Des prospections géophysiques (résistivité) réalisées à différents points du site, ont montré la présence d'une zone remblayée (ruisseau, tranchée ou fosse) à l'extrémité Sud du pylône Est (Billard et Schvoerer-Ney, 2007).

c. Cette zone plus humide, rend le sous-sol meuble et particulièrement sensible à la sismicité ainsi qu'à la masse du pylône qui est d'environ 12 000 tonnes. Les deux phénomènes cumulés ont entraîné une inclinaison (rouge) du bloc sud (10-15°), qui est légèrement enfoncé dans le sol (Billard et Schvoerer-Ney, 2007).

d. Schéma d'action des ondes sismiques/cisaillement (rouge) de la faille Talas Fergana sur l'ensemble de l'Ak Saray. L'Asie centrale est soumise aux mouvements de la plaque indienne qui vient buter sur la plaque eurasiatique, y provoquant des soulèvements. Ces mouvements sont générés par un système de failles, dont la faille Talas-Fergana qui traverse Shahrissabz. Si les ondes de cisaillement touchent les pylônes et les bassins, les premiers pourraient s'effondrer sur les seconds déjà soumis à des mouvements et déformations du sol (Billard et Schvoerer-Ney, 2007).

4. Programme de conservation du pavement

Pour sauvegarder les 600 m² de revêtement de céramiques glaçurées de la zone des bassins de l'Ak Saray, partie importante d'un site inscrit sur la liste du patrimoine mondial, des actes de conservation doivent être effectués sans retard afin d'éviter que la dégradation devienne impossible à enrayer ou compenser.

4.1. Méthode de travail

La **conservation** pourrait être réalisée en phases successives s'étalant sur trois années (4 à 6 mois chacune) à cause des conditions climatiques et de la surface à traiter. Il est prévu que cet acte sera réalisé par un groupe **pluridisciplinaire** et international, travaillant conformément aux conventions internationales de restauration (Charte de Venise, etc.). La **formation** de spécialistes Ouzbeks est une des priorités du programme.

Le programme détaillé fait actuellement l'objet de concertations (automne 2010) entre les services du **Patrimoine Mondial de l'Unesco** (Paris), du **Ministère des Affaires Étrangères** (Paris), du **Ministère de la Culture ouzbek** (Périgueux) et du **Conseil Général de la Dordogne** (Périgueux). Il sera élaboré dans le courant de l'hiver 2010-2011.

4.1.1. ACTE 1 : la dépose

Cette première phase effectuée sur site, suivra la réalisation de **relevés** des 3 ensembles (plans, photographies, etc.). Ils permettront de préciser l'organisation générale du site, de mesurer les variations entre les niveaux (déformations du sol, d'évaluer le niveau originel,

etc.) et d'établir les **plans de dépose** (prélèvement) des carreaux (Palem, 2008 ; Postel-Vinay, 2007). Des bacs aux dimensions appropriées (carreaux variant de 3 à 40 cm de côté) seront fabriqués sur place pour le stockage des objets, tandis qu'en parallèle, les carreaux seront nettoyés sous aspiration contrôlée (récupération de fragments). Les fragments seront **entoilés*** à l'aide d'une colle réversible pour les maintenir lors du **prélèvement** effectué par des lames placées sous les carreaux. Enfin, les carreaux seront inventoriés et déposés à l'atelier de restauration.

4.1.II. ACTE 2 : Caractérisation physique

Peu après l'inventaire des différents types de carreaux à prendre en considération, un programme de **caractérisation physique** sera entrepris, pour des raisons scientifiques évidentes, dans la perspective de re-créations et afin de piloter les artisans ou industriels qui seront chargés d'une production en série (description des textures, composition des substrats de terre cuite, des glaçures et des décors, recherche d'indices technologiques, mesure physique des couleurs, etc.). Simultanément on déterminera les caractéristiques physiques des mortiers anciens. (Ollagnier *et al*, sous presse ; Schvoerer *et al*, sous presse a,b,c).

4.1.III. ACTE 3 : Sondages archéologiques

Après la dépose, des **sondages** seront effectuées sous l'emplacement des carreaux notamment afin de déterminer les systèmes de circulation et d'évacuation de l'eau (canalisation, drains, etc.). Par la même occasion, des explorations seront réalisées ponctuellement autour des pylônes pour essayer de mieux appréhender le site (fondations, niveau du sol d'origine, etc.) et chercher les anciens systèmes de drainage, dont certains pourraient peut-être, être réhabilités.

4.1.IV. ACTE IV : Restauration en atelier

Les carreaux subiront un **nettoyage** de leur face arrière, pour en retirer les possibles traces de mortier, les impuretés (poussière, gravats, etc.) et la toile. Les **sels** accumulés dans la terre comme sous la glaçure seront retirés par différentes méthodes selon la nature du substrat, des sels et de leur teneur dans l'objet (compresses d'eau, électrodialyse*, etc.).

Les fragments seront ensuite **consolidés** et **recollés** pour redonner une cohésion à chaque carreau quand cela est possible. Viendra alors la réalisation d'**essais** ($\approx 1\text{m}^2$) pour valider le choix de la restauration des lacunes (ragréage avec ou sans couleur, etc.). La restauration achevée, les carreaux seront **entoilés** par l'arrière en vue de leur repose (Palem, 2008 ; Postel-Vinay, 2007).

4.1.V. ACTE 5 : Création d'un espace muséal de présentation

L'équipe apprécierait que cet ensemble exceptionnel, soit considéré pour ce qu'il est, à savoir une «source documentaire du passé» et à ce titre protégé, de manière définitive. En conséquence, nous préconisons avec l'un des experts (Bagherzadeh, 2008) qu'il **ne soit pas remis en place**, ou dans 10 à 20 ans, il subirait probablement les mêmes atteintes qu'aujourd'hui. En conséquence, nous pensons que l'on doit le conserver en un lieu équilibré du point de vue thermique et de l'humidité et en tout ou partie **présenté au public**, y compris avec une exposition partielle (quelques mètres carrés) qui serait itinérante et visible en Europe.

4.1.VI. ACTE 6 : Production de 600 m² ce carreaux de re-cr ation

Ce sera un travail en **collaboration** entre des c eramistes de Dordogne (ou de la R gion Aquitaine) et d'Ouzb kistan. Les r alisations seront bas es sur les donn es analytiques  voqu es pr c demment et contr l es, pour le choix des mat riaux et des techniques, non seulement par des c eramistes professionnels mais  galement par des physiciens.

4.1.VII. ACTE 7 : Remise en place sur le site des carreaux re-cr es

Les fouilles termin es, la surface qui doit accueillir les carreaux sera nettoy e de ses sels puis rectifi e (d blayage, etc.) pour reprendre la configuration des niveaux d'origine. Sera ensuite pos e une **chape** de 10 cm d' paisseur compos e de chaux, de sable et de calcaire. Le plan de d pose (effectu  en phase I), sera alors trac  sur cette chape fra che pour faciliter la pose des fac-simil s des carreaux qui seront **pos s** et **joint s**   l'aide d'un mortier dont la composition a  t   galement d termin e au laboratoire (Palem, 2008 ; Postel-Vinay, 2007).

4.1.VIII. ACTE 8 : diss mination des r sultats

Publications, r alisation d'un film, conf rences,....

*Un point crucial devra  tre pr cis  en concertation avec nos partenaires Ouzbeks et l'Unesco : d terminer : le devenir des carreaux. Une premi re hypoth se serait de **remettre en place** les carreaux originaux. Malheureusement, l'alt ration rapide entra n e par le changement climatique obligera dans un futur proche,   restaurer   nouveau l'ensemble. La seconde hypoth se, qui semble la plus ad quate, serait le d p t des carreaux originaux dans un **mus e** et la mise en place de **fac-simil s** sur le site (Bagherzadeh, 2008). Enfin, une troisi me alternative, serait de laisser les carreaux en l' tat et de les recouvrir (sable notamment) pour les prot ger, le temps qu'une solution ad quate et accept e par tous les partenaires soit trouv e.*

II. Base de données analytiques pour la conservation des bassins glaçurés de l’Ak Saray

Résumé

Le programme de conservation des carreaux de revêtement des bassins et des pavements du palais timouride de l’Ak Saray de Shahrissabz (fin XIV-début XV^{ème} s ap J.C.), nécessite de créer une base de données analytique, qui permettra de conserver correctement mais aussi de créer des fac-similés des carreaux. L’étude de 170 fragments de carreaux timourides de Shahrissabz, issus des réserves du Musée Amir Temur de Shahrissabz, a mis en évidence des différences selon la technique décorative employée et la fonction des objets.

Des mortiers de gypse (plâtre), permettaient de poser les carreaux réalisés avec un support de terre cuite ou de fritte (selon leur fonction). Ils sont recouverts par des glaçures alcalino-plombifères transparentes ou opaques qui peuvent être teintées de blanc, turquoise ou bleu. Les techniques décoratives sont nombreuses et variées, la plus rare étant celle du décor de lustre métallique. Les carreaux à décor monochrome ou polychrome (bleu, violet, turquoise, vert, jaune, orange, rouge, blanc, noir), sont parfois rehaussés d’un décor à la feuille d’or, qu’ils mettent en valeur et inversement.

Mots clés : Ak Saray ; Décor à la feuille d’or ; Décor ; Fritte ; Glaçure ; Lustre métallique ; Shahrissabz ; Terre cuite ; Timouride ; Tombeau de Jahangir ;

Avant-propos

Le programme de conservation des pavements du palais timouride de l’Ak Saray de Shahrissabz, est dans la droite lignée de nombreux travaux effectués depuis 1999 par le laboratoire du CRP2A, en collaboration avec une équipe ouzbèke pluridisciplinaire, qui se consacre à la préservation du patrimoine culturel Timouride.

Cette longue collaboration, ainsi que les soutiens décisifs de l’Unesco, du Conseil Régional d’Aquitaine, du Conseil Général de la Dordogne et de plusieurs entreprises d’Aquitaine, ont été déterminants pour l’avancée du programme, qui permettra nous l’espérons, de préserver cette source documentaire de l’humanité, témoin de la culture Timouride, qui donna naissance aux Grands Moghols indiens, dont le Taj Mahal est un témoin.

1. Problématique

Quelles sont les caractéristiques physiques des carreaux de céramique glaçurés timourides (fin XIV-début XV^{ème} s ap J.C.) de Shahrissabz, conservés au Musée Amir Temur de la ville ? Si l’on doit re-créeer les carreaux du revêtement des bassins et des pavements du palais de l’Ak Saray de Shahrissabz, on ne peut s’accommoder d’approximations, qui pourrait altérer l’intégrité de cet ensemble classé sur la Liste du Patrimoine Mondial.

2. État des connaissances

2.1. L'Ak Saray, le «Palais Blanc » de Timour

L'**Ak Saray**, ou "**Palais Blanc**" (Ak : blanc ; Saray : palais) de **Timour** se situe au Nord de la ville historique de **Shahrisabz**. Le palais a été bâti entre 1380 et 1404 ap. J.C. par des artisans réquisitionnés dans les diverses régions de l'empire (Iran actuel, Ouzbékistan, etc.) (Дресвянская, 1993). Des témoignages de contemporains (Ruy Gonzalez de Clavijo, Babur, etc.), attestent que le site resta en fonctionnement jusque dans la deuxième moitié du XV^{ème} s ap. J.C., période à laquelle il sera progressivement abandonné à cause de l'arrivée au pouvoir des **Shaybanides***. A notre connaissance, il n'existe à l'heure actuelle **aucune donnée** objective permettant de dresser le **plan** de l'emprise au sol du palais, ce qui nous oblige à nous baser sur les comptes rendus de voyageurs, notamment celui de l'Ambassadeur d'Espagne, Ruy Gonzalez de Clavijo, qui se rendit à la cour de Timour à la fin de la construction de l'édifice.

2.2. L'emploi de la céramique glaçurée dans la décoration architecturale

a/ *Techniques décoratives* : L'usage de la céramique manifeste la **multiplicité** des **origines** géographiques et culturelles des **artisans** qui l'ont élaboré, ce qui se perçoit sur les bâtiments en parement comme en pavement. De nombreuses techniques ont été employées à Shahrisabz, notamment le décor de lustre métallique (très rares), la polychromie avec ou sans rehauts de décor à la feuille d'or (relativement rare), ainsi que le banna'i et le mo'arraq (courants) (O'Kane, 1987 ; Golombek, 1988 ; Blair, 1996).

b/ *Motifs* : Ces céramiques glaçurées portaient ou formaient un motif **géométrique**, **végétal** ou **calligraphique**. On ne retrouve qu'exceptionnellement à l'époque de Timour, de figuration animale ou humaine dans cet art qui couvrait l'intérieur comme l'extérieur des bâtiments (Golombek, 1988)..

3. Objectif

L'objectif de ce travail est d'établir une base de données analytique nécessaire au programme de conservation et de re-création des carreaux glaçurés de pavements et bassins du palais de l'Ak Saray à Shahrisabz (XIV-XV^{ème} s ap J.C.).

4. Méthodologie

Afin d'appréhender cette production dont on ignore à priori si elle est homogène, il importe de considérer séparément les substrats céramiques / glaçures / décors. Pour chaque partie, la complémentarité des méthodes est nécessaire.

Pour le substrat céramique, une étude de la texture (organisation des constituants) a été réalisée par des observations en lumière naturelle et cathodoluminescence, combinées à une étude des compositions élémentaire et cristallographique (diffraction de rayons X sur poudre et fluorescence de rayons X en dispersion d'énergie sur un détecteur couplé à la microscopie électronique à balayage).

La méthodologie mise en œuvre pour l'examen des glaçures est élargie par une mesure objective des couleurs (spectroradiométrie). La composition élémentaire emploie les mêmes méthodes que précédemment.

Quant au décor, sa couleur sera analysée par spectroradiométrie et/ou spectrométrie d'absorption optique. La nature des constituants sera donnée par la fluorescence de rayons X en dispersion d'énergie.

5. Matériel d'étude

a/ *Lieu de conservation du matériel* : Les réserves du **musée Amir Temur de Shahrizabz** (Province du Kashkadarya, Ouzbékistan), conservent des **céramiques** (entières ou fragmentaires) de l'époque **timouride** (XIV-XV^{ème} s ap J.C.) qu'il s'agisse de **céramique d'usage** (vases, gorguettes, bols, etc.) ou de **céramique de l'architecture** (pavement et parement). Les carreaux de parement et de pavement proviennent des différents édifices timourides de la ville classée sur la Liste du Patrimoine Mondial de l'Unesco (en 2000).

b/ *Origine du matériel* : Les fragments présentés dans cette étude sont issus à 48 % des fouilles du palais de l'**Ak Saray**, le reste provenant de l'ensemble funéraire de **Jahangir** qui lui est contemporain¹ (Дресвянская et al, 1993).

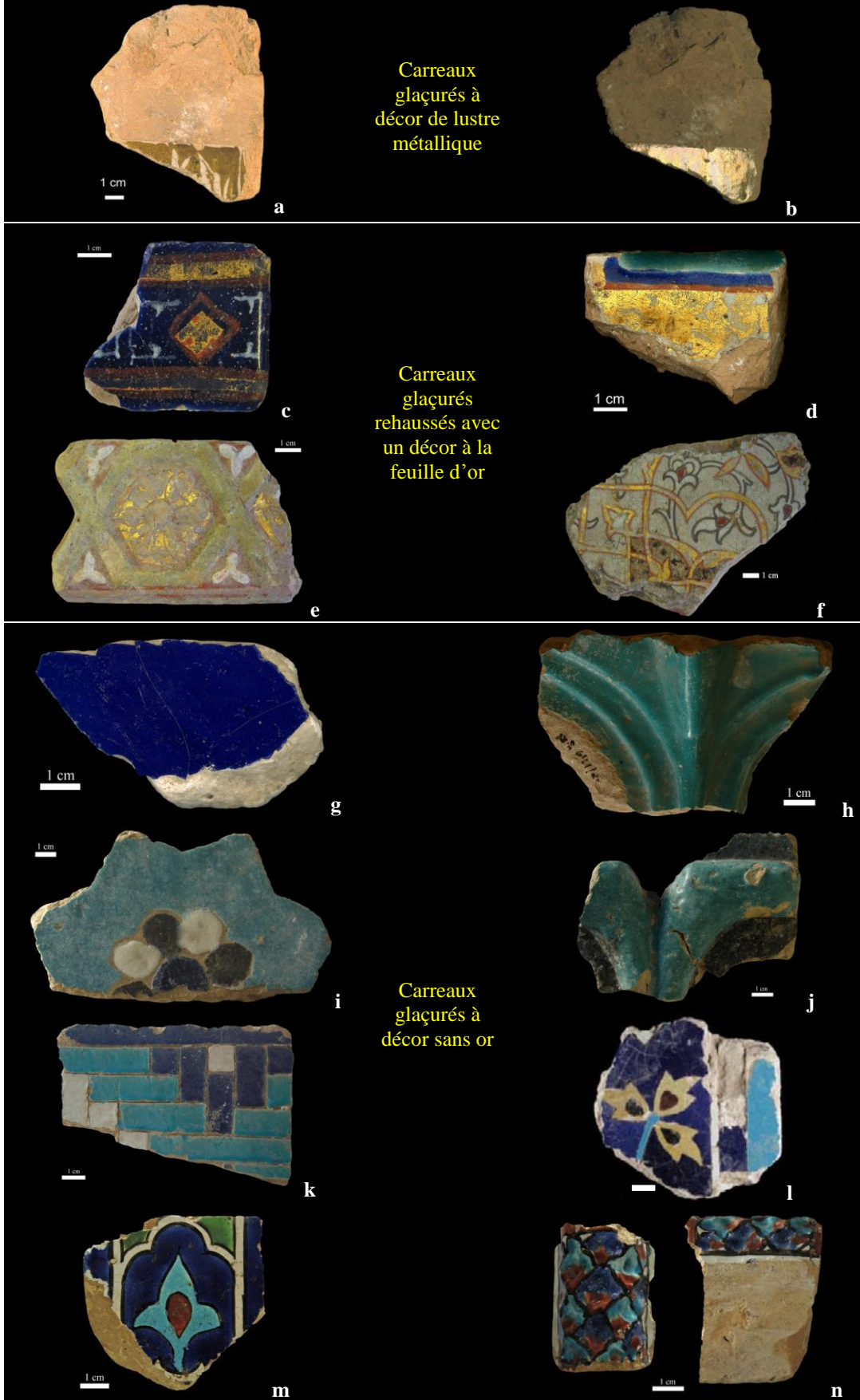
c/ *Choix du matériel* : Les **170 objets** choisis ont été répartis selon la/les **technique(s) décorative(s)** employée(s) en **3 grands groupes**, que nous subdivisons **provisoirement** en **13 types**, qui sont autant de variantes (fig 161) :

- Les carreaux glaçurés à décor de **lustre métallique** (1 seul type).
- Les carreaux glaçurés rehaussés avec un décor à la **feuille d'or** sont (4 types).
- Les carreaux glaçurés **sans or** (**8 types**)

d/ *Identification* : les échantillons sont identifiés par le numéro d'identification du musée (ex : 399/3) ou celui donné au laboratoire de Bordeaux-CRP2A (BDX 8012).

¹ Composé de Dorut Saodat (tombeau de Jahangir) et de Dorut Tulavat (ensemble de mosquées et mausolée)

Shahrisabz (Ouzbékistan), Sélection de fragments de carreaux de céramique glaçurée timouride (XIV-XV^{ème} s ap J.C.) conservés au Musée Amir Temur



Shahrisabz (Ouzbékistan), Sélection de fragments de carreaux de céramique glaçurée timouride (XIV-XV^{ème} s ap J.C.) conservés au Musée Amir Temur		
a. Carreau glaçuré à décor brun clair en réflexion diffuse Lieu de mise au jour : AK Ref labo : BDX 6344	Décor de lustre métallique	b. Carreau glaçuré à décor de lustre métallique jaune doré ou rose Lieu de mise au jour : AK Ref labo : BDX 6344
c. Carreau glaçuré à décor polychrome (blanc, rouge) sur fond bleu de cobalt, rehaussé de feuilles d'or. Lieu de mise au jour : AK Ref labo : BDX 11863	Carreaux glaçurés rehaussés avec un décor à la feuille d'or	d. Carreaux glaçurés à décor polychrome sur fond blanc, rehaussé de feuilles d'or, rappelant les motifs dits de "cuerda seca" Lieu de mise au jour : JA Ref labo : BDX 8047
e. Carreau glaçuré moulé en relief à décor polychrome (vert, rouge, blanc), rehaussé d'or. Lieu de mise au jour : AK Ref labo : BDX 11859		f. Carreau glaçuré à décor polychrome sur fond blanchâtre, rehaussé de fines bandes feuilles d'or. Lieu de mise au jour : JA Ref labo: BDX 11844
g. Carreau glaçuré à décor monochrome bleu sans relief. Lieu de mise au jour : JA Ref labo: BDX 8056	Carreaux glaçurés à décor sans or	h. Carreau glaçuré à décor monochrome turquoise moulé en fort relief. Lieu de mise au jour : JA Ref musée: 641/20
i. Carreau glaçuré à décor polychrome (bleu, turquoise, blanc) moulé Lieu de mise au jour : JA Ref musée: 550/1		j. Carreau glaçuré à décor polychrome (turquoise, noir) moulé en fort relief. Lieu de mise au jour : AK Ref musée: 399/6
k. Carreau glaçuré à décor polychrome (bleu, turquoise, blanc) incisé et moulé en faible relief, provenant probablement des bassins de l'Ak Saray. Lieu de mise au jour : AK Ref musée: 550/25		l. Carreau glaçurée à décor polychrome (bleu, turquoise, jaune, noir) de type mo'arraq Lieu de mise au jour : JA Ref labo : BDX 8038
m. Carreau glaçuré à décor polychrome rappelant les motifs dits de "cuerda seca" Lieu de mise au jour : AK Ref musée: 399/2		n. Carreau à décor polychrome dont la surface a été moulée en relief. Lieu de mise au jour : JA Ref musée: 550/77

Provenant du palais de l'Ak Saray : **AK** – Provenant de l'ensemble funéraire de Jahangir : **JA**

Figure n 161 : Le corpus étudié a permis de distinguer 3 grands groupes que nous subdivisons provisoirement en 13 types, selon la/les technique(s) décorative(s) employée(s) :

- Les céramiques glaçurées à décor de lustre métallique forment un type unique.
- Les carreaux de céramiques glaçurées avec de l'or sont distribués en 4 sous-types.
- Les carreaux de céramique glaçurée sans or se divisent en 8 sous-types

6. Observation préliminaire (visuelle) de mortiers et de fragments de carreaux de céramique glaçurée timouride.

Des observations préliminaires ont été effectuées sur un ensemble de 170 fragments sélectionnés parmi plus de 500, en fonction de leur qualité et des informations sur leur provenance archéologique. Les échantillons étudiés ont été répartis provisoirement en 3 catégories (formant 13 types) définies selon des critères de technique décorative.

6.1. Les mortiers (fig 162a à c)

Les céramiques de parement comme de pavement, étaient liées à leur support par un **mortier**, dont il reste très **peu de traces**. Sur la centaine d'échantillons de Shahrisabz étudiés, moins de 5 % présentent encore des traces de mortier de pose.

La face arrière des carreaux observés est lisse, ceux-ci étant polis* avant traitement thermique. De tels supports offrent **peu d'accroche** au mortier qui s'en sépare facilement, à cause du poids (3 kg pour certains fragments de muqarnas) ou d'évènement subis par l'édifice (tremblements de terre, destruction volontaire, abandon de l'édifice, etc.).

Le mortier, réalisé à base de **gypse** (la chaux est peu employée dans la région) est très sensible à l'hygrométrie. Certains fragments contiennent des végétaux, employés comme charge et pour évacuer l'humidité. L'infiltration d'eau venue des murs, suivie de la cristallisation de sels, est très certainement un autre facteur de détachement des carreaux de leur support.

6.2. Le support céramique (fig 162d à f)

6.2.I. Forme géométrique des supports

Les formes des supports céramique sont **variées** : parallélépipèdes, polygones, hémisphères, étoiles (5, 6 ou 8 branches), muqarna*, polylobes (fig . Ces formes étaient déterminées par l'emploi (parement, pavement) et l'emplacement de chaque élément dans la structure (objet isolé, tapis, bordure). Les formes les plus courantes dans les réserves du musée Amir Temur de Shahrisabz sont les parallélépipèdes rectangles et les étoiles.

6.2.II. Nature des supports

a/ *Une majorité de terres cuites* : la majorité des supports céramique de cet ensemble, sont des **terres cuites** de teinte orange à rouge, comportant des dégraissants millimétriques. Leur épaisseur varie selon le type de décor (moulage, incision, lisse) de 2 à plus de 4 cm.

b/ *Des frites pour certains types de décors* : les **frites** servent uniquement de support aux carreaux à décor monochrome bleu sans relief, à décor polychrome sur fond bleu de cobalt rehaussé d'or et aux mo'arraq*.

c/ *Choix d'une fritte pour les mo'arraq* : Pour les mo'arraq : de nombreux artisans déportés par Timour pour construire l'Ak Saray, venaient de **Perse** (Iran actuel) où ce type de support était **largement employé**, notamment pour la réalisation de céramiques glaçurées à décor de lustre métallique (Chabanne, 2005 ; Mason, 2004). Les frites sont des supports **friables** qui se taillent et se liment facilement, d'où leur utilisation en mo'arraq. Leur **porosité**

permet d'absorber facilement le mortier de gypse (plâtre) lors de la réalisation des panneaux, renforçant ainsi leur adhérence. Leur **légèreté** évite d'alourdir inutilement les panneaux dont les fragments taillés sont fragiles et coûteux. Enfin, étant donné que les frites sont composées majoritairement de silice, elles s'adaptent facilement à tous types de glaçures (coefficient de dilatation). Tout laisse penser que le choix d'une fritte pour les supports de type mo'arraq de Shahrīsabz était d'ordre technique.

c/ *Choix d'une fritte pour les carreaux « bleus »* : Pour les carreaux à décor monochrome bleu et polychrome sur fond bleu cobalt rehaussé d'or : l'habitude des céramistes à peut-être été le facteur principal du choix, l'utilisation de briques de fritte glaçurée à décor turquoise ou bleu en Asie Centrale, étant attestée à partir du XII^{ème} s ap J.C., notamment sur le minaret de Jâm en Afghanistan (Schvoerer, 2004).

Le choix d'un support céramique était intentionnel, certainement lié aux habitudes de travail des céramistes ou à des impératifs techniques.

6.3. La glaçure (fig 162g à i)

a/ *Couleur* : Les glaçures sont majoritairement **opaques blanches**. On trouve aussi des glaçures opaques bleues ou turquoise sur les carreaux monochromes. Ce corpus comporte aussi quelques exemples de glaçures **transparentes** colorées en bleu (dans le cas de carreaux à décor monochrome bleu, polychrome sur fond bleu de cobalt rehaussé d'or et mo'arraq). Ces glaçures transparentes sont posées sur des frites de couleur beige, ce qui crée une illusion d'opacité sans employer d'opacifiant.

b/ *Épaisseur* : L'**épaisseur** des glaçures est comprise entre un demi et un millimètre, selon la forme de la pièce (moulage) et la méthode d'application (coulées de trempage ou application au pinceau). L'utilisation d'une telle épaisseur peut servir à masquer la couleur orange-rouge des terres cuites support et à renforcer la **résistance** de la couche vitreuse à l'usure (pour les pavements) et/ou aux fluctuations du climat continental de la région (en moyenne, hiver : -20°C ; été : +45°C).

6.4. Les décors (fig 162j à l)

6.4.I. Les motifs

a/ *3 types de motifs* : Trois grands types de motifs s'observent dans cette production : géométriques, végétaux et calligraphiés :

- Les motifs **géométriques** se retrouvent dans tous les types de carreaux en proportions variables (fig 162d). L'utilisation de ces motifs permettait de créer facilement un motif de base et de nombreuses combinaisons. C'est le cas des carreaux de pavement des bassins qui forment des tapis sur plusieurs centaines de mètres carrés.

- Les motifs **végétaux** sont omniprésents. Il s'agit majoritairement de fleurs et de rinceaux (fleuris ou non) qu'il n'est pas aisé d'identifier, les fleurs comportant toutes de 3 à 6 pétales de formes arrondies ou en fleurons (fig 162e) (Marçais, 1928). On peut toutefois reconnaître des roses (fleurs rouges à 6 pétales au cœur souvent doré) et des lotus, le plus souvent d'inspiration chinoise (moulage) (fig 162f).

- Enfin, la **calligraphie**, se retrouve uniquement sur les carreaux à décor polychrome avec ou sans or. Le jeu des couleurs et des motifs végétaux entourant les

caractères, permettait de faire ressortir leur écriture (arabe ou persane) tracée en noir (parfois rouge) et souvent rehaussée d'or.

b/ *Mise en valeur des motifs* : Ces motifs sont souvent mis en valeur par :

- **Moulage** et/ou **incision** du support céramique (jeux de forme et d'épaisseur) qui ont aussi pour avantage de séparer les différentes teintes de décor.
- **Rehauts** au pinceau de décors sur une glaçure support opaque blanche.
- **Cernes noirs**, ou plus rarement **rouges**. Comme les moulages et les incisions, ils évitent le mélange des glaçures et rehaussent les couleurs.

6.4.II. Le décor de lustre métallique

Peu d'exemples d'utilisation de décor de **lustre métallique** sont connus en Ouzbékistan, pour la période timouride. Il se peut que ce décor ait été techniquement trop difficile à réaliser, ou qu'il ne correspondait pas aux goûts de l'élite, ce qui en a limité l'utilisation. Le décor de lustre métallique était pourtant connu dans la région depuis le X^{ème} s ap J.C., comme en témoignent de nombreux plats importés de Mésopotamie retrouvés à **Afrasiab** (Kervran, 1999).

Trois fragments de Shahrisabz et deux fragments de la mosquée Odina de Karshi², contemporain de l'Ak Saray ont pu être observés. Leur teinte en réflexion diffuse est **brune** (brun clair à sombre) et les reflets métalliques observés peuvent être **jaune doré, rose, orangé** ou **bleu-violet**.

6.4.III. Le décor à la feuille d'or

Environ 40 % des carreaux conservés dans les réserves du musée Amir Temur de Shahrisabz sont rehaussés d'un décor à la **feuille d'or** (carreaux monochromes bleus, polychromes à fond bleu, polychromes et polychromes à fond blanc). La forme carrée ou rectangulaire de ces feuilles d'or est souvent nettement visible.

Ces éléments dorés étaient mis en valeur par un jeu de couleur de glaçures (glaçure support bleu cobalt ou blanche) et par la présence systématique d'un contour, généralement rouge. L'or servait à rehausser la calligraphie, des contours épais, des rinceaux, des étoiles ou des fleurs (cœur ou pétales).

L'utilisation d'un décor rehaussé de feuilles d'or, exprime la richesse d'un bâtiment et de celui qui l'a fait réaliser, car il nécessitait l'obtention du métal, sa préparation et enfin l'application sur les carreaux, ce qui en faisait une **technique sophistiquée**, au même titre que le décor de lustre métallique.

6.4.IV. Les carreaux sans or

Toute la palette des **teintes** de glaçures recensées à Shahrisabz et en Asie Centrale aux XIV-XV^{ème} s ap J.C. est présente sur ces objets. Les plus fréquentes : blanc, bleu cobalt et turquoise. Moins fréquentes : jaune, vert, orange, violet ainsi que noir.

Le rouge et le noir sont majoritairement employés pour cerner les autres décors, tandis que les autres teintes servent à faire des remplissages.

² Des considérations préliminaires réalisées sur l'un des fragments de Karshi, peuvent être trouvées dans les documents complémentaires.

6.5. Défauts et état de conservation (fig 162m à o)

Lorsqu'ils sont observés à l'échelle macro ou microscopique, on constate que les carreaux ne sont pas exempts de défauts de fabrication et d'altérations.

6.5.I. Défauts de fabrication et de traitement thermique

De nombreux picots, retraits, manques et tressaillures sont visibles dans les glaçures. Les **picots** proviennent de l'éclatement de micro-bulles de gaz (vapeur d'eau, dioxyde de carbone,...) pendant le traitement thermique, les **retraits** d'un manque d'adhérence de la glaçure à son support (support gras, sous traitement thermique, etc.) et les **manques** d'une application peu soignée.

Les nombreuses **tressaillures** visibles sur la majorité des glaçures, ont pu apparaître suite à le traitement thermique des objets ou durant leur enfouissement. Elles sont dues à un fort écart entre les coefficients de dilatation du support céramique et la glaçure (ou entre plages glaçurées), ce qu'une légère modification de la composition des glaçures aurait pu éviter.

6.5.II. Les altérations

a/ *Les causes* : Les carreaux de céramique glaçurée peuvent présenter différents types d'altération, liées aux matériaux, à la fabrication de l'objet et/ou au milieu d'enfouissement. Certaines altérations ont probablement débuté lorsque les carreaux étaient encore en place et subissaient l'alternance de longues périodes **froides** (hiver : -10°C à -20°C) et **chaudes** (été : +45°C), ainsi que des **infiltrations d'eau** (remontées capillaires, pluie, mauvais drainage du sol).

Lorsque l'eau remonte depuis le sol, elle entraîne classiquement avec elle des **sels dissous** : sulfates de sodium ou de potassium, chlorures, nitrates, carbonates, phosphates, etc. Quand la phase liquide contenue dans les carreaux s'évapore, les sels **crystallisent, disloquant** peu à peu les supports céramiques fragiles comme les frites. Ils peuvent aussi entraîner le **détachement** de la glaçure, lorsqu'il y a eu une accumulation de cristaux à l'interface terre cuite/glaçure (ref biblio). On observe de tels décollements sur des zones généralement de faibles dimensions (de l'ordre de quelques cm²), celles-ci correspondant au réseau de tressaillures de la glaçure.

b/ *Manifestations* : Les **glaçures** (supports et décors) sont les principales victimes de l'altération, les fondants alcalins étant facilement lixiviés*. L'**opacification** touche majoritairement la glaçure de couleur bleue de cobalt, une couche beige à jaune se formant progressivement à la surface jusqu'à en masquer la teinte d'origine (fig 162d). Des **dépôts/encroûtements** (carbonate ou sulfate de calcium, etc.) peuvent aussi se former sur les glaçures, en altérant la lisibilité (fig 162e). L'opacification peut être suivie par une **desquamation**, la couche néoformée étant fragile. Cette desquamation se manifeste sous forme d'**irisations** ou de **cupules**, qui finissent par entraîner un détachement des couches superficielles du verre.

L'intégrité du décor à la feuille d'**or** dépend de l'état de conservation de la glaçure sous-jacente. On observe ainsi des **dépôts** ou une **disparition** de la feuille entraînée par la desquamation de la glaçure. Enfin, un dernier type d'altération du décor est purement **anthropique** : le **grattage** pour récupération de la feuille d'or...

Shahrisabz (Ouzbékistan) Exemples de fragments de céramique glaçurée timouride

Le mortier



a. Mortier sur toute la surface



b. Mortier fragmentaire

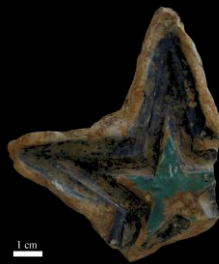


c. Traces de mortier

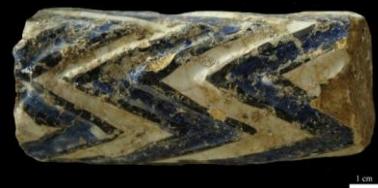
Forme des carreaux



d. Forme rectangulaire



e. Etoile à 5 branches



f. Forme cylindrique

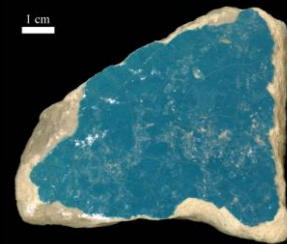
Teintes des glaçures



g. Carreau à glaçure blanche



h. Carreau à glaçure bleue



i. Carreau à glaçure turquoise

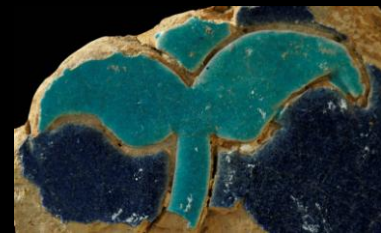
Décors



j. Détail d'un décor à la feuille d'or



k. Décor polychrome rehaussé d'or



l. Décor polychrome incisé

Défauts et état de conservation



m. Picots dans le décor noir



n. Retrait dans une glaçure turquoise



o. Opacification du décor bleu

<u>Figure n 162</u>		
Le mortier		
a. Le fragment 550/1 conserve la quasi-totalité de son mortier de pose composé de plusieurs couches superposées, de teinte légèrement jaunâtre.	b. Le fragment de carreau circulaire 592/15, ne présente qu'une fine couche de mortier blanc. Il s'agit probablement de la couche finale.	c. L'échantillon BDX 8016, de forme hémisphérique est creux à l'arrière pour recevoir un mortier, dont il ne reste plus que quelques fragments épars.
Forme des carreaux		
d. Le carreau rectangulaire 411/1 a été légèrement incisé pour séparer des rectangles de décor bleu et turquoise.	e. Le carreau 550/61 moulé en creux en forme d'étoile à 5 branches est décoré de bleu, tandis qu'une seconde étoile à 5 branches moulée en relief au centre de l'objet est ornée de turquoise.	f. Le fragment 399/5 de forme cylindrique a été moulé en chevrons décorés de blanc ou de bleu et cernés de noir.
Teintes des glaçures		
g. Le décor polychrome du fragment 627/24 a été réalisé sur une glaçure support opaque blanche.	h. Le fragment BDX 8056 se compose d'une fritte (support céramique jaunâtre) et d'une glaçure transparente d'un bleu très soutenu.	i. Le fragment BDX 8012, se compose aussi d'un support céramique fritté, sur lequel est posée une glaçure turquoise opaque.
Décors		
j. Détail du décor à la feuille d'or de l'échantillon BDX 11862, cerné par un trait rouge qui le met en valeur et évite les couleurs d'autres décors durant la cuisson.	k. Le décor à la feuille d'or de l'échantillon 592/32 cerné par un trait rouge, représente le cœur d'une fleur entouré par 5 pétales turquoise (pavot bleu ?) ; le tout sur fond bleu.	l. Le décor de l'échantillon 399/2 est réalisé avec des glaçures bleues et turquoise, séparées et mis en valeur par de profondes incisions.
Défauts et état de conservation		
m. Détail du décor noir de l'échantillon 627/19 parcouru de nombreux picots microscopiques.	n. Un retrait de glaçure turquoise de l'échantillon 641/10 durant la cuisson, a créé des manques, laissant apparaître le support céramique sous-jacent.	o. Le décor bleu de l'échantillon BDX 11862 est partiellement recouvert par une couche d'altération jaunâtre opaque qui masque la couleur.

En résumé,

Les fragments de carreaux de parement et pavement timourides de Shahrissabz, ont majoritairement des supports céramiques de type terre cuite, portant parfois des traces de mortier. Les glaçures bleues ou blanches sont souvent opaques et épaisses. Elles sont ornées de une à sept teintes de décors séparés par des incisions, moulages ou traits. Ces décors à motifs géométriques ou végétaux peuvent être rehaussés d'un décor à la feuille d'or. Dans quelques rares cas, le décor a été réalisé avec la technique du lustre métallique.

Cet ensemble des objets présente des défauts de fabrication et qui ont pu servir de point de départ à l'altération, visible sur la majorité des fragments.

On peut en déduire que ces carreaux étaient une production de masse mais aussi qualité. En effet, on trouve rarement réunis la présence d'autant de couleurs de décors, de l'or et du lustre métallique, qui témoignent de la richesse et du pouvoir du commanditaire, dans le cas de Shahrissabz, l'empereur Timour.

7. Étude physique de mortiers de pose adhérent encore à des fragments de carreaux de céramique glaçurée timouride

7.1. Matériel étudié

Comme on l'a vu précédemment, peu de fragments de céramique glaçurée timouride conservés au Musée Amir Temur de Shahrisabz, possèdent encore une partie de leur **mortier de pose**, qui les liait à la structure de briques des bâtiments. Ces mortiers de couleur blanche à beige, sont « mesurés » **jaune pâle** (λ_d : 578-579 nm ; P_e : 4 à 14 et L^* : 86 à 88). Ils adhèrent en une ou plusieurs couches qui se retrouvent sur toute la face arrière des objets (fig 163).

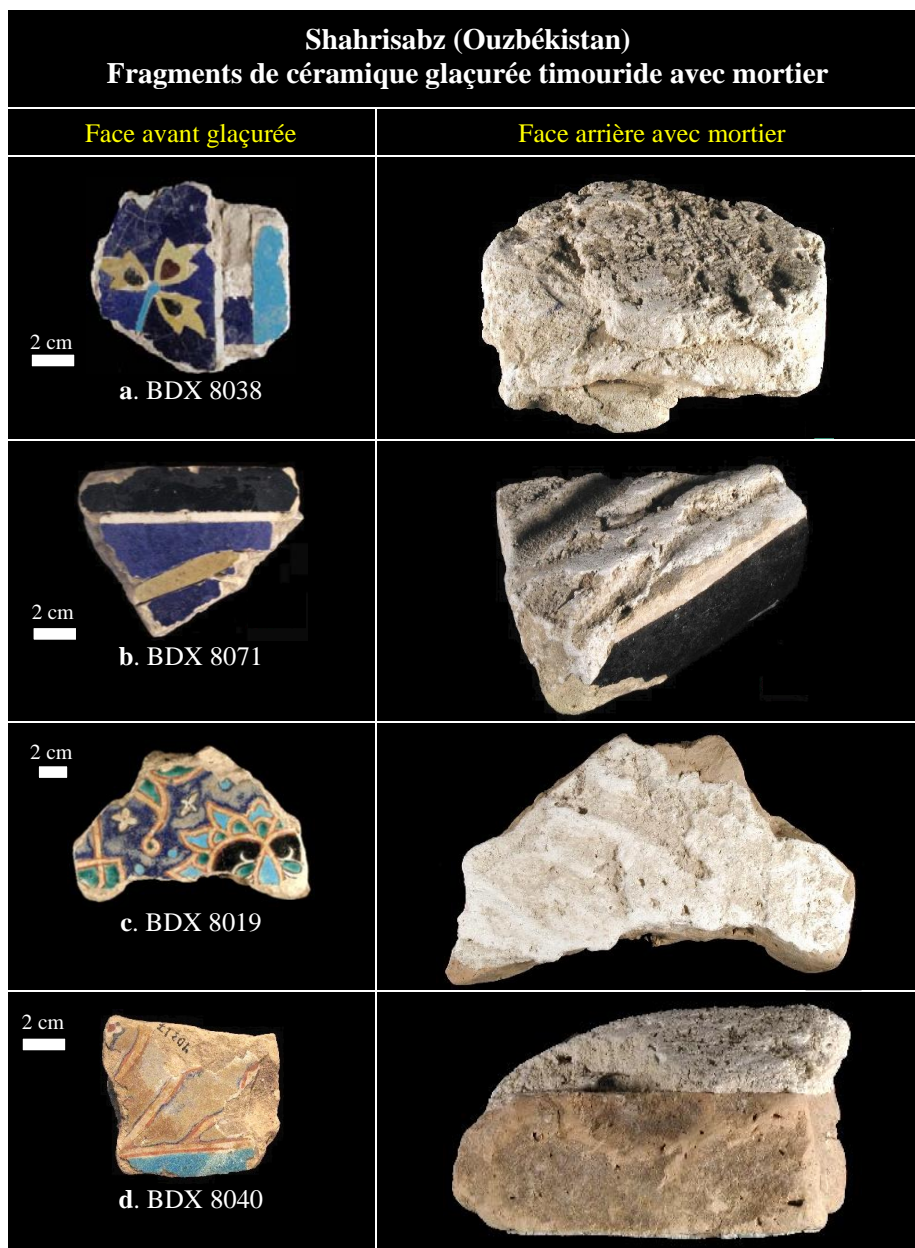


Figure n 163 : Deux types de fragments ont été examinés, des carreaux polychromes découpés de type « mo'arraq » (BDX 8038 et 8071) et des carreaux à décor polychrome peint rehaussés d'un décor à la feuille d'or (BDX 8019 et 8040).

7.2. Caractérisation

7.2.I. Le ciment

Les mortiers se composent d'un **ciment** et d'une **charge**. Le terme ciment désigne une matière pulvérulente, formant avec un liquide une pâte plastique liante, capable d'agglomérer en durcissant, des substances diverses, appelées ici charges (Encyclopédia Universalis, 2010). Ces mortiers de pose sont **identiques** : le **ciment**, est très riche en soufre et en calcium (SO_3 : 31 % et CaO : 62 %) (tableau 47). En diffraction de rayons X, on identifie du **gypse*** ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (**plâtre**). Les mêmes résultats sont obtenus pour les mortiers de pose qui lient les carreaux aux murs et les mortiers liant les fragments de mo'arraq entre eux.

7.2.II. La charge

La **charge** est composée principalement de cristaux blancs en lumière naturelle identifiés par diffraction de rayons X, fluorescence de rayons X et spectrométrie Raman comme étant du **gypse** (raie Raman à 1009 cm^{-1}) (tableau 47) (fig 164a). Leur granulométrie est comprise entre $50 \mu\text{m}$ à 2.5 mm (fig 164b) et leur aspect est généralement fibreux (fig 164d).

On trouve dans l'un des échantillons (BDX 8019) des cristaux identifiés comme étant de la **dolomite*** ($\text{Ca Mg} (\text{CO}_3)_2$) (MgO : 41.42 ± 3.67 % ; CaO : 51.67 ± 2.39 %) avec des inclusions de **célestine*** (SrSO_4) (SO_3 : 51.67 ± 2.39 % ; SrO : 49.87 ± 2.47 %) (fig 164c). La célestine se trouve fréquemment dans les filons de gypse et de dolomite, le strontium se substituant au calcium (Foucault et Raoult, 1997). On constate dans tous les échantillons de faibles teneurs de **magnésium** (MgO : 3 %), de **silicium** (SiO_2 : 3.4 %) ainsi que de **sodium** dans l'échantillon BDX 8038 (Na_2O : 3.89 ± 0.91 %). Il peut s'agir d'introduction volontaire (sable, quartz, argile, dolomite), ou d'impuretés contenues dans les matières premières.

Shahrisabz (Ouzbékistan), Composition élémentaire de mortiers timourides (BDX 8038 et BDX 8019) conservés au musée Amir Temur de Shahrisabz.							
BDX	Zone analysée	Na_2O	MgO	SiO_2	SO_3	CaO	SrO
8038	Ciment	nd	1.25 ± 0.02	2.91 ± 1.06	30.80 ± 1.25	65.04 ± 2.89	nd
	Cristaux de Gypse	nd	0.21 ± 0.04	3.00 ± 0.87	32.45 ± 1.48	64.34 ± 4.10	nd
8019	Ciment	3.89 ± 0.91	5.80 ± 2.01	5.59 ± 1.87	28.91 ± 2.35	55.81 ± 6.8	nd
	Cristaux de gypse	nd	0.79 ± 0.17	1.99 ± 0.65	33.06 ± 2.84	64.16 ± 3.34	nd
	Cristaux de dolomite	nd	41.42 ± 3.67	4.32 ± 0.8	2.59 ± 0.16	51.67 ± 2.39	nd
	Cristaux de célestine	nd	3.88 ± 0.51	2.6 ± 0.12	39.23 ± 2.13	4.42 ± 0.47	49.87 ± 2.47

Non détectés : Al_2O_3 ; K_2O ; Fe_2O_3 ; BaO

Tableau n 47 : Ces deux échantillons sont représentatifs de l'ensemble analysé. Il s'agit de mortiers de gypse, composés d'un ciment et d'inclusions de roche de gypse, plus rarement de célestine. La présence en faibles teneurs de magnésium, silicium et de sodium peut être due à des impuretés.

Des inclusions de couleur grise ou noire ont été identifiées par spectrométrie Raman (laser à 785 nm) comme étant du **charbon de bois** (BDX 8038 et 8071) (raies Raman à 1600 et 1360 cm^{-1}) (Kawakami *et al*, 2005). Cette matière carbonée provient vraisemblablement d'une pollution ou de résidus de combustibles (brindilles, etc.) utilisés lors du traitement thermique du gypse naturel pour le transformer en plâtre (tableau 48).

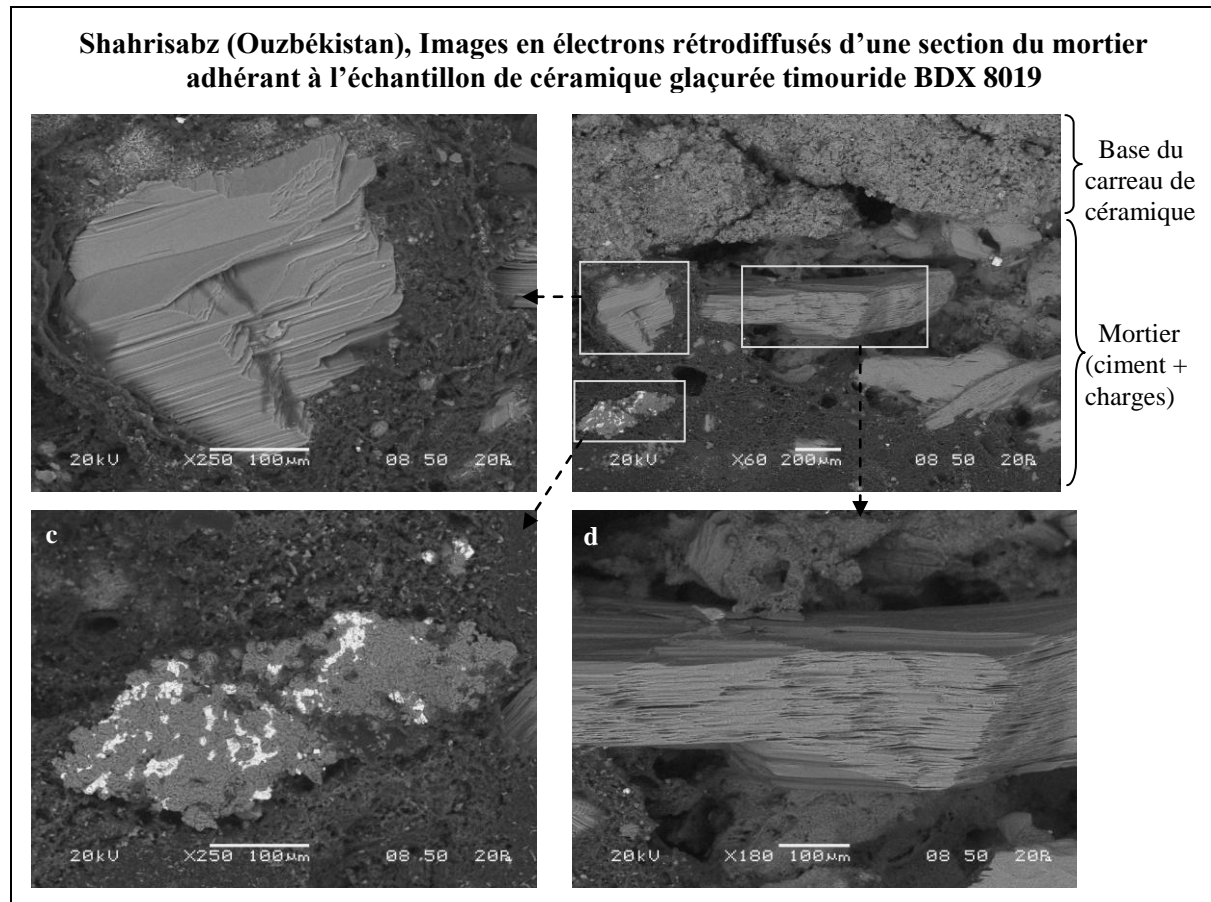


Figure n 164 : La charge du mortier (a) est composée principalement de cristaux de gypse fibreux (b, d) et de quelques dolomites avec inclusions de célestine (c).

Shahrisabz (Ouzbékistan), Caractéristiques de quelques mortiers associés à des fragments de carreaux timourides conservés au musée Amir Temur de Shahrisabz.					
Échantillon et type	Support céramique	Porosité	Ciment	Charge	Phase(s) cristalline(s)
BDX 8038	Fritte	Importante avec des diamètres $\leq 500 \mu\text{m}$	Gypse avec impuretés (silicium et magnésium)	Principalement : cristaux de gypse (jusqu'à 2.5 mm). Cristaux bruns et gris sub-millimétriques Impureté : charbon de bois	Gypse et quartz
BDX 8071	Fritte	Importante avec des diamètres $\leq 500 \mu\text{m}$	Gypse avec impuretés (silicium et magnésium)	Principalement : cristaux de gypse (jusqu'à 1.5 mm). Cristaux bruns et gris millimétriques Impureté : charbon de bois	Gypse et quartz
BDX 8019	Terre cuite	Importante, avec des diamètres variés (10 à 500 à μm)	Gypse avec impuretés (silicium, magnésium sodium)	Principalement : cristaux de gypse (50 à 75 μm). Quelques cristaux de dolomite avec inclusions de célestine.	Gypse
BDX 8040	Terre cuite	Importante, avec des diamètres variés (10 à 500 à μm)	Gypse avec impuretés (silicium et magnésium)	Principalement : cristaux de gypse (50 à 75 μm).	Gypse

Tableau n 48 : Les mortiers des 4 échantillons étudiés sont faits de gypse reconstitué à partir de plâtre et contenant des inclusions de gypse naturel et des impuretés (magnésium, silicium, sodium ou/et charbon de bois).

7.3. Un mortier inapproprié ?

En occident et Méditerranée, l'utilisation de mortiers de **plâtre**, très sensible à l'hygrométrie du milieu ambiant, semble **inappropriée** pour une utilisation en extérieur comme c'est ici le cas. L'environnement géologique de Shahrissabz est fait majoritairement de **gypse**, d'où l'utilisation du plâtre. L'emploi d'un mortier de plâtre peut être tout à fait possible en extérieur si on y introduit ne serait ce qu'une faible fraction de **chaux*** qui augmente fortement la résistance, sa solubilité étant 10 000 fois inférieure à celle du plâtre (Bergoin, 2007).

En résumé

Les carreaux timourides de Shahrissabz, ont été « collés » sur leur support par des mortiers de plâtre avec une charge de cristaux de gypse (tableau 48), technique que l'on retrouve aussi dans les constructions d'Hérat (Afghanistan) de la même époque. L'emploi de plâtre peut être lié à des impératifs techniques, notamment le fait que l'environnement géologique de la région est fait de gypse (plâtre) et non de calcaire (chaux). La technique ne semble pas propre à Shahrissabz, mais répandue en Asie Centrale durant l'époque timouride, malgré la diversité d'origines des artisans et donc des techniques susceptibles d'être employées.

8. Étude physique du support des décors : supports céramiques et glaçures

Quelques échantillons parmi la centaine observés au musée Amir Temur de Shahrisabz, ont été caractérisés physiquement au laboratoire de Bordeaux-CRP2A. Cette étude étant une synthèse des travaux, les résultats présentés sont soit des moyennes, soit représentatifs du corpus.

8.1. Le support céramique

*Les analyses ont confirmé les observations visuelles, à savoir l'existence de supports céramique de type **terre cuite** et **fritte**.*

8.1.I. Les terres cuites

a/ *Composition* : Elles sont **carbonatées** en moyenne (CaO : 20.43 ± 2.57 %), riches en aluminium (Al₂O₃ : 12.84 ± 1.44 %) et en **fer** (Fe₂O₃ : 6.18 ± 1.02 %). Ces terres cuites perçues comme orange-rouge en lumière naturelle à cause de leur teneur en fer (hématite), sont **jaune-orange** (λ : 581 à 584 nm) plus ou moins clair selon l'échantillon (Pe : 23 à 34 % et L* : 38 à 77).

b/ *Texture en cathodoluminescence* : Leur luminescence globalement rouge, plus ou moins saturée selon l'échantillon, peut être corrélée à la présence des **carbonates**. Les dégraissants luminescent en jaune ou bleu, sont des **feldspaths** de nature variée (anorthite, diopside d'aluminium, etc.) (fig 165 ; tableau 49) (Bechtel et Schvoerer, 1985). La présence de phases dites de hautes températures telle que l'anorthite et le diopside, laisse penser que la ou les cuissons ont été réalisées à plus de 800°C.

c/ *Texture en microscopie électronique* : La texture du support céramique est fine ou moyenne, selon les zones. Ceci est dû à la présence d'inclusions de tailles différentes (de 50 µm à quelques millimètres) dont les formes variables, souvent aiguës révèlent ainsi qu'il y a eu un broyage préalable avant leur introduction dans l'argile. Quelques porosités sont aussi visibles, mais l'ensemble est généralement compact.

8.1.II. Les frites

a/ *Composition* : Elles se distinguent des terres cuites par une très forte teneur en **silicium** (SiO₂ : 82.7 ± 3.88 %) et une faible de fer (Fe₂O₃ : 1.60 ± 0.5 %). La quasi absence de fer, explique la teinte **jaune à jaune-orangé** clair (λ : 575 à 579 nm ; Pe : 20.62 à 24.61 % et L* : 62.37 à 91) perçue en lumière naturelle.

Les grains de quartz non ou peu broyés ont été liés entre eux par de l'**argile**. Celle-ci peut être identifiée par la présence d'**aluminium** (Al₂O₃ : 3.75 ± 0.71 %), de **calcium** (CaO : 5.88 ± 1.34 % en moyenne) et de feldspaths (tableau 49). On note la présence d'une faible teneur en plomb (PbO : 1.43 ± 1.06 %) répartie de manière hétérogène dans la fritte de l'échantillon BDX 8071. La présence de plomb laisse penser qu'une fritte de verre a été introduite volontairement dans le mélange pour servir de fondant. On retrouve cette technique, notamment dans le cas des briques à glaçure bleue turquoise, du minaret de Jâm en Afghanistan (XII^{ème} s ap J.C.) (Schvoerer *et al*, à paraître).

b/ *Texture en cathodoluminescence* : Leur luminescence bleue/mauve, souvent terne, est attribuable au **quartz** (Stevens-Kalceff and Phillips, 1995). Les dégraissants luminescent en jaune ou bleu, sont des **feldspaths** de nature variée (anorthite, diopside d'aluminium, etc.) (fig 165).

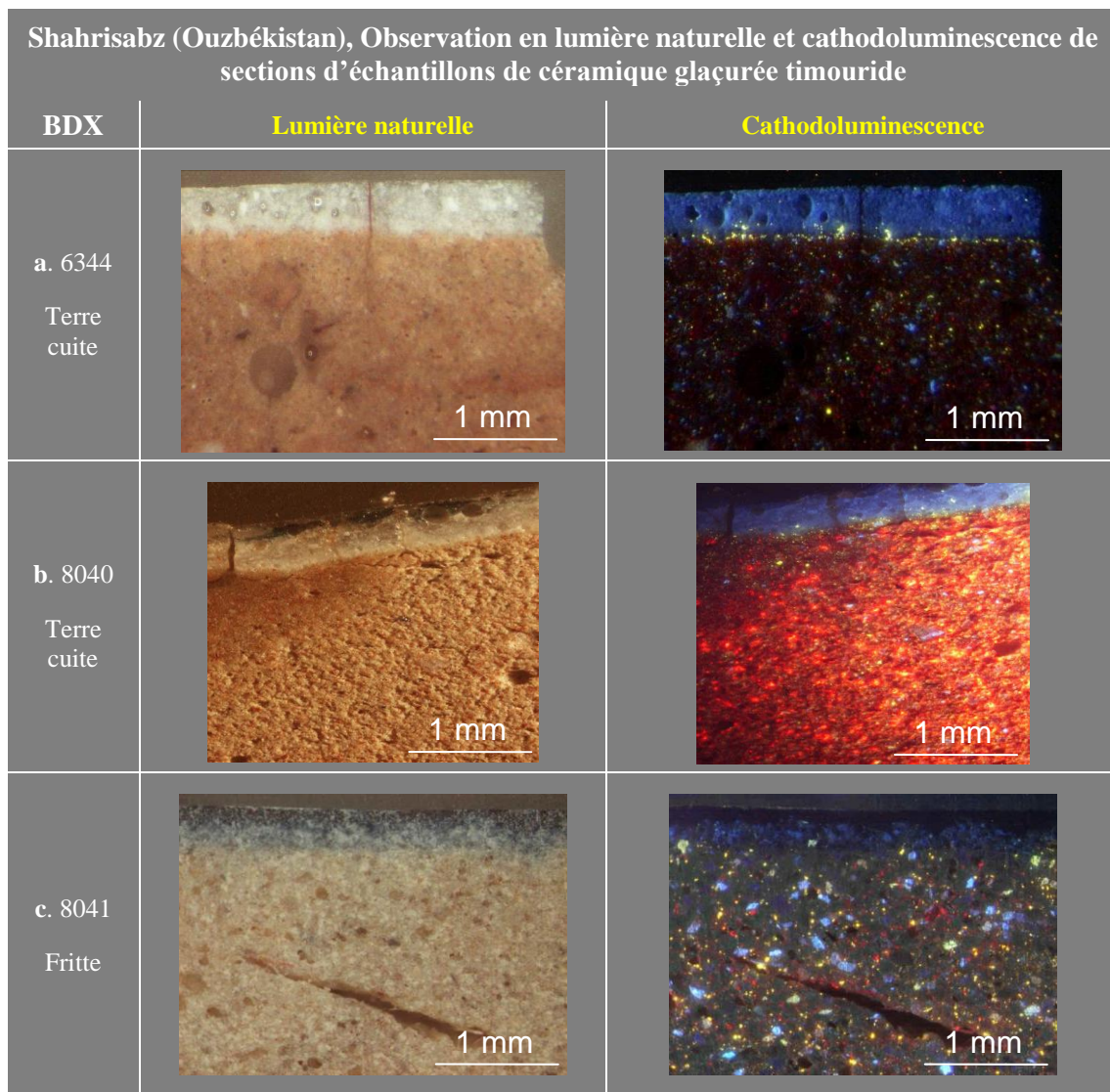


Figure n 165 : a. Ce fragment de céramique glaçurée à décor de lustre métallique, a un support de terre cuite de luminescence globale rouge sombre. Les dégraissants (feldspaths) luminescent en bleu clair ou jaune. On observe une interface à luminescence jaune, attribuée à des cristaux de wollastonite formés durant la monocuisson (terre + glaçure). La luminescence bleue de la glaçure est attribuable à la présence des cristaux de cassitérite opacifiants.

b. Comme de très nombreux échantillons observés, ce fragment de carreau de terre cuite glaçurée à décor polychrome rehaussé d'or, présente une luminescence globale rouge intense. Cette forte luminescence masque partiellement celles des dégraissants de couleur jaune ou bleue. On ne remarque pas d'interface entre la terre cuite et la glaçure, ce qui serait synonyme d'une double cuisson.

c. Cet échantillon de céramique glaçurée transparente bleue, a pour support une fritte, de luminescence bleue terne. Elle est ponctuée par les luminescences intenses jaunes, bleues et rouges de dégraissants. La glaçure ne contenant pas de cassitérite (opacifiant), n'a pas de luminescence propre, la teinte bleue perçue provenant des luminescences de quartz non fondus.

c/ Texture en microscopie électronique : la fritte comporte de très nombreux cristaux de quartz de formes et dimensions variables, allant de 50 à 300 μm de long. Leur forme aigüe indique qu'ils ont été broyés avant d'être employés. La fritte étant un support relativement poreux, la glaçure en fusion a pénétré dans le support sur environ 500 μm , solidarissant les deux matériaux, comme le ferait un liseré d'interface composé de cristaux de néoformation.

Shahrisabz (Ouzbékistan), Identification par diffraction X des phases cristallines des supports céramiques de carreaux de céramique glaçurée timouride						
BDX	Anorthite (CaAl ₂ Si ₂ O ₈)	Albite (NaAlSi ₃ O ₈)	Diopside (CaMgAlSi ₂ O ₆)	Microcline (KAlSi ₃ O ₈)	Quartz (SiO ₂)	Wollastonite (CaSiO ₃)
8028 (terre cuite)			X	X	X	
8040 (terre cuite)	X		X		X	X
8047 (terre cuite)		X		X	X	
6344 (terre cuite)		X	X	X	X	
8020 (terre cuite)	X		X	X	X	
8026 (terre cuite)	X	X	X	X	X	
8012 (fritte)					XX	
8038 (fritte)	X		X		XX	
8041 (fritte)	X	X		X	XX	
8056 (fritte)		X	X		XX	
8071 (fritte)		X	X	X	XX	

XX : forte teneur ; X : teneur moindre ; En blanc : terres cuites ; En gris : frites

Tableau n 49 : Les 6 échantillons de terre cuite et 5 de frites présentés ici ont été choisis pour leur représentativité de l'ensemble du corpus. Les terres cuites et les frites contiennent du quartz et des feldspaths dont la nature varie selon l'échantillon. La forte teneur en quartz des frites est logiquement caractéristique de ce type de support.

En résumé,

Deux types de support céramique coexistent à Shahrisabz : terre cuite et fritte.

Les terres cuites jaune-orange sont carbonatées, riches en aluminium et en fer. La présence de phases dites de haute température telle que l'anorthite et le diopside, laisse penser que la ou les cuissons ont été réalisées à plus de 800°C. Les frites se distinguent des terres cuites par une très forte teneur en silicium et faible en fer. Le fer leur confère une teinte jaune-orange clair en lumière naturelle.

Ces analyses confirment la description donnée par le 24^{ème} paragraphe du traité d'Abu'l Qasem Al Kashani, réalisé à Kashan (Perse) au XIV^{ème} s ap J.C. (Allan, 1973). Celui-ci évoque une « terre blanche » qui peut être assimilée à la fritte de teinte pâle, ou à une terre cuite pâle. Il parle aussi de « terre verte », qui pourrait provenir d'une argile verte, cuisant orange-rougeâtre, suite au changement d'état de valence du fer durant le traitement thermique. C'est le cas de toutes les terres cuites rougeâtres observées et étudiées. Il est difficile de déterminer l'origine des techniques employées à Shahrisabz pour la réalisation des supports céramique. On peut toutefois en conclure qu'elles étaient semblables à celles utilisées depuis la fin du XIII^{ème} s ap J.C. par les céramistes persans. Ils avaient été déportés à Samarcande et Shahrisabz pour décorer les constructions de Timour.

8.2. La glaçure

Deux types de glaçure se rencontrent sur ces carreaux : une glaçure **transparente bleu foncé dit bleu « cobalt »** et une glaçure **opaque (blanche ou turquoise)**. Elles ont pour la plupart été réalisées lors d'une seconde cuisson, seuls quelques rares échantillons présentant des cristaux d'interface terre cuite/glaçure caractéristiques des mono-cuissons.

8.2.I. Interface support céramique/glaçure

a/ *Absence de liseré de néoformation à l'interface* : L'absence d'interface sur la grande majorité des objets étudiés, laisse supposer qu'un double traitement thermique a été effectué, le premier pour le support céramique et le second pour la glaçure. Un double traitement thermique a pour inconvénient de dépenser plus de combustible, mais il permet aussi de contrôler les carreaux avant la pose de la glaçure.

b/ *Présence de liseré de néoformation à l'interface* : Quelques échantillons, (dont les fragments à décor de lustre métallique), présentent des cristaux de dévitrification à l'**interface** support céramique/glaçure, sans distinction de type. Ces cristaux à luminescence jaune identifiés comme de la **wollastonite** (CaSiO_3) ou des « **feldspaths de plomb** » (fig 166), forment un fin liseré, qui serait un indicateur d'un traitement thermique unique pour le support céramique et la glaçure.

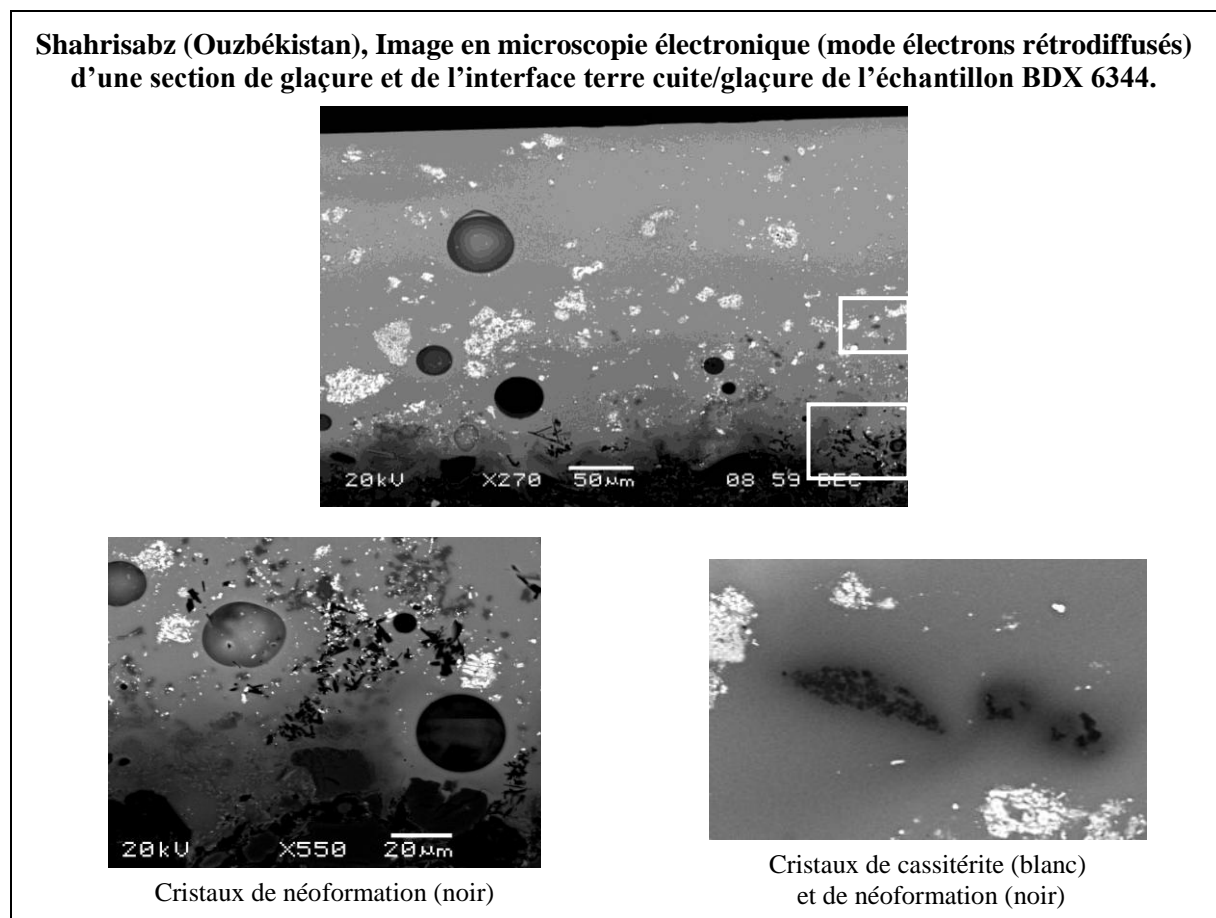


Figure n 166 : Sur le fond gris de la masse vitreuse se détachent des bulles ainsi que des amas de cristaux de cassitérite (blanc). A l'interface on observe des quartz non fondus (gris moyen) et des cristaux en forme de baguette (noir). Il s'agit de cristaux de néoformation identifiés comme étant des feldspaths de plomb.

8.2.II. La glaçure transparente bleue

a/ *Couleur* : Cette glaçure transparente (fig 167a,b) **bleu-vert** sombre (λ : 481 à 484 nm ; P_e : 12.03 à 18.69 et L^* : 38 à 48.96), est posée sur une **fritte**. Seuls deux exemples de très petites zones ($\approx 3 \text{ cm}^2$) de glaçures transparentes verdâtres posées sur terre cuite ont été observées, laissant penser qu'il pourrait s'agir d'essais ou d'erreurs (rendu visuel peu concluant).

b/ *Composition* : Ce verre **alcalin** (Na_2O : $12.93 \pm 0.8 \%$ et K_2O : $3.31 \pm 0.14 \%$) comporte des traces de **plomb** (PbO : $1.04 \pm 0.08 \%$) et/ou d'**étain** (SnO_2 : $1.13 \pm 0.11 \%$) et est coloré avec du **cobalt** (CoO : $0.40 \pm 0.05 \%$). Le **plomb** et l'**étain** étant présents en très faibles teneurs ($\geq 2 \%$), il pourrait s'agir d'essais (comme la glaçure transparente verte), d'une pollution des creusets de la fritte ou bien encore, provenir de la cuisson du décor blanc qui orne les carreaux, celui-ci étant très riche en plomb et en étain.

On remarque aussi des teneurs non négligeables de **fer** (Fe_2O_3 : $3.07 \pm 0.40 \%$), une impureté du sable qui est généralement éliminée par les céramistes pour éviter de teinter le verre en vert ou jaune miel. Dans le cas présent, il pourrait s'agir d'un ajout volontaire pour nuancer la teinte du bleu, et/ou d'une impureté du minerai de cobalt employé (Porter, 1997).

c/ *Texture* : Les glaçures bleues n'ont pas de luminescence propre, car elles ne contiennent pas de cassinérite (opacifiant) qui luminesce en bleu.

L'observation en microscopie électronique à balayage montre une glaçure épaisse de presque 1 mm (fig 167b), **hétérogène** et dont la partie inférieure est riche en bulles et **cristaux de quartz non fondus** (fig 167c). Il s'agit de la partie supérieure du support céramique dans laquelle le mélange vitreux en fusion s'est infiltré sur presque 500 μm . La texture des frites étant poreuse, ce phénomène systématique favorise une bonne adhérence entre les matériaux. Ce support a aussi pour avantage de s'adapter à tout type de glaçure (pas ou peu de tressaillures) et de donner une illusion d'opacification (fig 167a) grâce à sa teinte claire. Il comporte toutefois des inconvénients, comme la fragilité et sa forte porosité permettra une circulation des eaux chargées de sels qui lixivient les alcalins et alcalino-terreux du verre.

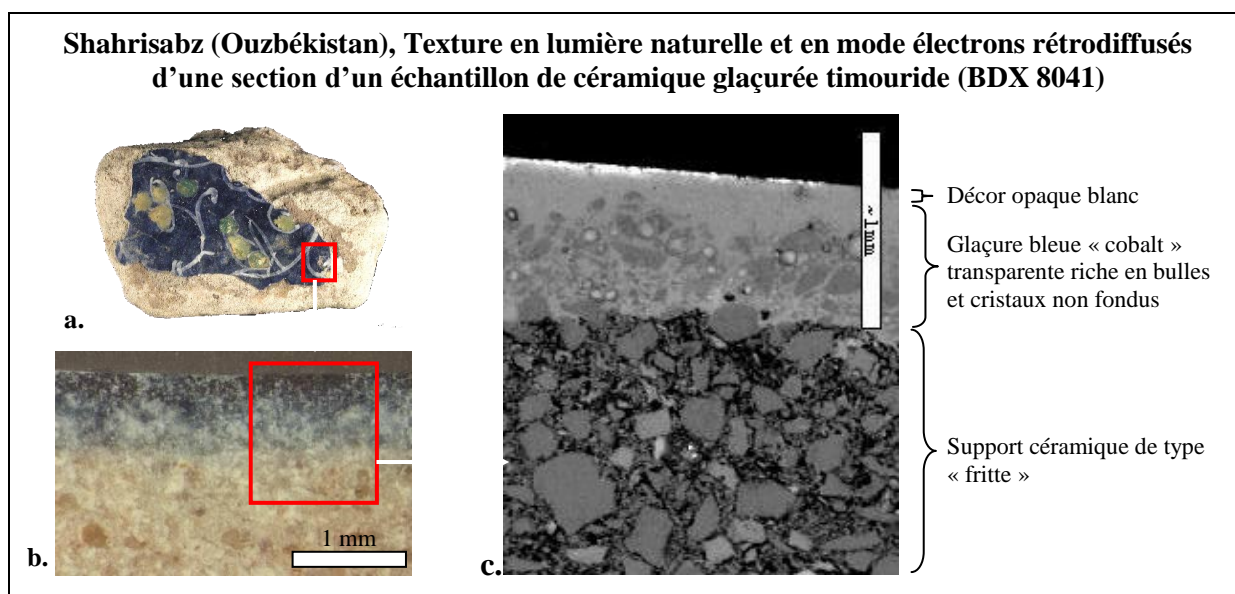


Figure n 167 : a. Fragment dont la glaçure transparente bleue est décorée de motifs blancs et jaunes.

b. Section en lumière naturelle du support céramique et de la glaçure transparente bleue.

c. Image en électrons rétrodiffusés de la section de l'échantillon. La zone claire proche de la surface correspond au décor, blanc à base de cassinérite. Des cristaux non fondus occupant la partie inférieure de la glaçure. Ils sont la manifestation de la pénétration de la glaçure en fusion dans la fritte lors du traitement thermique. Le support céramique fritté est composé de cristaux de quartz (formes aiguës).

8.2.III. La glaçure opaque blanche

a/ *Couleur* : La glaçure opaque sur terre cuite, est de couleur **blanche**. Cette notion de blanc recouvre en fait plusieurs teintes claires (Pe : 80.1 à 23.46 % et L* : 67.84 à 91.02) légèrement teintées allant du **bleu-verdâtre** au **jaune-orangé** (λ : 482 à 580 nm).

b/ *Composition* : Cette glaçure est **alcalino-plombifère** (Na_2O : 7.47 ± 1.7 % ; K_2O : 2.96 ± 0.29 % ; PbO : 14.8 ± 2.74 %), calcique (CaO : 6.17 ± 6.9 %) et opacifiée à l'**étain** (SnO_2 : 6.51 ± 1.89 %). Contrairement à la glaçure transparente bleue, elle ne contient que peu de fer (Fe_2O_3 : 1.22 ± 0.18 %), qui serait ici une impureté.

c/ *Texture* : La cassitérite (SnO_2) répartie de manière hétérogène dans le verre sous forme d'amas micrométriques, est responsable de la luminescence bleue généralement observée. Ces glaçures contiennent des cristaux de quartz ou/et des feldspaths allant d'une dizaine à une centaine de micromètres de long et des bulles.

8.2.IV. La glaçure opaque turquoise

a/ *Couleur* : Quelques carreaux ont une glaçure support **bleu-verte** opaque plus ou moins claire (λ : 487 à 489 nm ; Pe : 23.97 à 25.6 et L* : 38.7 à 60), notamment les carreaux à décor monochrome bleu sans relief ou avec relief (incisé ou moulé).

b/ *Composition* : Cette glaçure est **alcalino-plombifère** (Na_2O : $11,14$ % \pm $0,52$ % , K_2O : $1,74$ % \pm $0,10$ % ; PbO : $16,36$ % \pm $0,92$ %) opacifiée à l'**étain** (SnO_2 : 8.56 ± 1.2 %). Sa teinte provient de **cuivre** (CuO : $2,73$ % \pm $0,16$ %) sous forme **Cu²⁺** comme l'a montré la spectrométrie d'absorption optique. Les alcalins sont présents en quantité proche de celle du plomb, ce qui confère à cette glaçure sa teinte bleu-verdâtre (λ moyenne : 485 nm).

c/ *Texture* : La cassitérite (SnO_2) répartie de manière hétérogène dans le verre sous forme d'amas micrométriques, est responsable de la luminescence bleue observée. Ces glaçures contiennent des cristaux (quartz ou/et feldspaths) allant d'une dizaine à une centaine de micromètres de long et des bulles.

En résumé,

Deux types de glaçure support coexistent :

- Une glaçure transparente bleu « cobalt » alcaline, observée pour les 3 types de carreaux réalisés avec un support fritté (monochromes sans relief, mo'arraq et polychromes bleus rehaussés d'or).

- Une glaçure opaque blanche ou turquoise pour les carreaux de terre cuite. Ces glaçures opaques blanches (étain) et turquoise (cuivre) sont alcalino-plombifères.

Cette différence de technologie est due au choix du support, chacun présentant des avantages et des inconvénients. L'absence presque totale de cristaux de néoformation à l'interface terre cuite/glaçure laisse penser que ces céramiques glaçurées ont subi, en majorité, un double traitement thermique. Seuls les fragments de céramique glaçurée à décor de lustre métallique présentent systématiquement cette interface.

Dans le paragraphe 24 de son traité, Abu'l Qasem (Allan, 1973) évoque la fabrication de glaçures transparentes et opaques. Les glaçures transparentes seraient de deux types : l'une destinée aux frites (« terre blanche »), l'autre avec terres cuites (« terre verte»). Le texte et les caractérisations, peuvent ainsi être considérés comme concordants.

9. Étude du décor de lustre métallique

9.1. Couleur des décors

a/ *Couleur en réflexion diffuse* : Les décors en réflexion diffuse, perçus visuellement **brun** (pâle à sombre) se situent dans le domaine colorimétrique allant du jaune au jaune-orangé (λ entre 575 à 581 nm) (tableau 50). Leur pureté d'excitation assez faible (2.9 à 28.06 %) et leur luminance moyenne (L^* : 13 à 59.3) en font des couleurs relativement sombres.

b/ *Couleur en réflexion spéculaire* : Les spectres de réflectance des trois échantillons présentent une **forte similitude** en réflexion diffuse et spéculaire, ce qui indique que le changement est difficile à percevoir (jaune/jaune orange ou jaune-verdâtre). L'apparition d'un **éclat métallique** à la réflexion spéculaire est elle indéniable (L^* : 91.65 à 132.7), et caractéristique des décors de lustre métallique (fig 168). Ce faible écart de teinte peut être dû à un défaut de cuisson (raté), à une altération du décor, voir une combinaison des deux (fig 169).


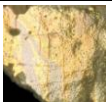




		BDX 6344		BDX 8020		BDX 8026	
Visuellement		Brun	Jaune doré à rose	Brun	Rose orangé	Brun	Rose très pâle
RD/RS		RD	RD	RS	RD	RS	RD
							
Mesure chromatique		Jaune orange	Jaune-orange	Jaune-orange	Jaune-orange	Jaune	Jaune-verdâtre
Longueur d'onde (nm)	λ	581	583	580	584	576	571
Pe	%	28.06	52	10.62	12.06	2.9	24.64
Coordonnées Yxy	Y	11.6	54	39.76	182.5	43.14	125.0
	x	0.42	0.37	0.33	0.34	0.35	0.31
	y	0.40	0.37	0.34	0.34	0.37	0.33
Coordonnées L*a*b*	L^*	40.58	120.1	59.3	132.7	13	71.65
	a^*	7.06	7.5	2.02	10.52	-0.14	-1.32
	b^*	26.25	17.96	7.7	20.58	19.35	4.19

Tableau 50 : Shahrisabz (Ouzbékistan), Coordonnées chromatiques des décors de lustre métallique des échantillons BDX 6344, 8020 et 8026 observés en réflexion diffuse et spéculaire. La longueur d'onde entre décor en réflexion diffuse et spéculaire étant très faible (5 nm), il est difficile d'observer un véritable changement de teinte. L'apparition d'un éclat métallique à la réflexion spéculaire est lui incontestable, attestant que qu'il s'agit bien de décors de lustre métallique.

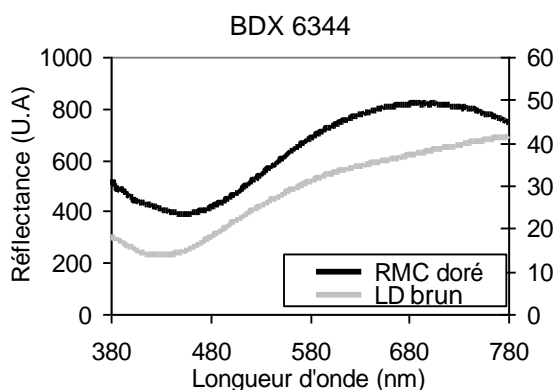
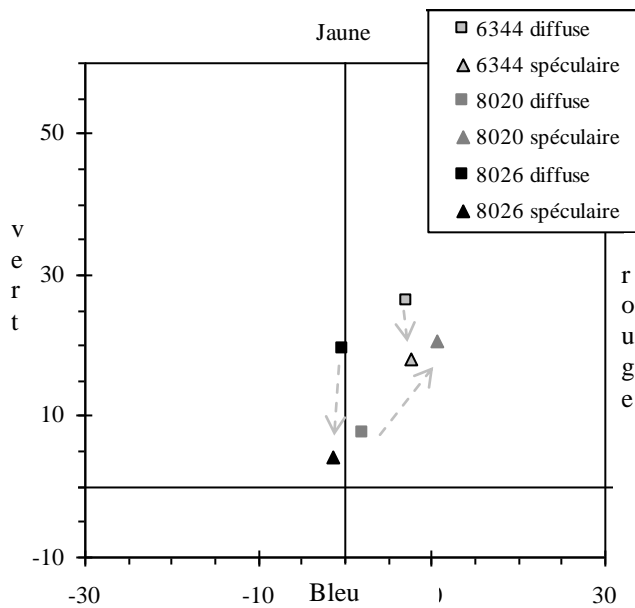


Figure n 168 : Shahrisabz (Ouzbékistan), Spectre de réflectance du décor de lustre métallique de l'échantillon BDX 6344. Les spectres présentent une forte similitude en réflexion diffuse et spéculaire, ce qui indique que le changement de couleur est difficile à percevoir. Quant à la faible augmentation de l'intensité lumineuse à la réflexion spéculaire, elle est synonyme d'un reflet peu intense.



*Figure n 169: Shahrissabz (Ouzbékistan), Diagramme $L^*a^*b^*$ (CIE, 1976) des décors de lustre métallique des échantillons BDX 6344, 8020 et 8026 observés en réflexion diffuse et spéculaire. Comme on peut le constater les décors se situent tous dans le quart jaune-rouge (diffuse et spéculaire), sauf le reflet métallique du BDX 8026 qui se trouve en limite du quart jaune-vert.*

9.2. Organisation des constituants du décor en microscopie électronique à balayage

a/ *Méthodologie* : Observer un décor de lustre métallique en microscopie électronique est assez rare, étant donné la finesse d'un tel décor. Nous avons malgré tout eu la chance de pouvoir l'observer sur une section de l'échantillon BDX 6344. Les images ont été réalisées à l'aide du **microscope électronique à balayage basse pression** du CRP2A, ainsi que d'un **microscope électronique à balayage FEG** (microscope à haute résolution) du CREMEM de l'Université de Bordeaux 1. Un microscope électronique à balayage FEG ne permettant pas d'obtenir la même résolution que celle d'un microscope électronique en transmission, on ne pourra pas définir avec précision la dimension de chaque particule métallique détectée. Les valeurs indiquées ont été estimées de manière approchée.

b/ *Organisation du décor* : Il en résulte que le décor de lustre métallique se compose de nanoparticules sphériques (ou subsphériques) enfouies sous une couche de glaçure d'épaisseur variable (140 à 270 nm) (fig 170, 171). Elles forment un liseré régulier, hormis dans les zones qui ont été sgraffiées* avant cuisson, pour faire apparaître la glaçure blanche support. Ce liseré de décor est épais de 170 nm en moyenne et comprend des petits colloïdes dont les plus massifs atteignent 20 nm de diamètre (fig 171).

Le décor ne se compose pas seulement de ce liseré, mais aussi d'une diffusion épaisse de plus 2 μm (fig 170). Cette diffusion comporte des colloïdes éparpillés de manière aléatoire dans la glaçure. Leur taille qui varie fortement (de 20 à 100 nm) à tendance à croître plus la particule s'enfonce dans la glaçure (fig 170).

c/ *Un décor sous une couche de glaçure transparente* :

On constate l'absence de cassitérite au niveau du liseré, ce qui indique que la couche de verre qui couvre le décor est transparente. La **cassitérite** se retrouvera parfois dans la diffusion sous formes de petits amas de cristaux (230 nm de long en moyenne) (fig 171, 172). Étant donné que la cassitérite se trouve sous la couche principale du décor, elle n'a probablement aucune influence sur la couleur du décor en réflexion spéculaire.

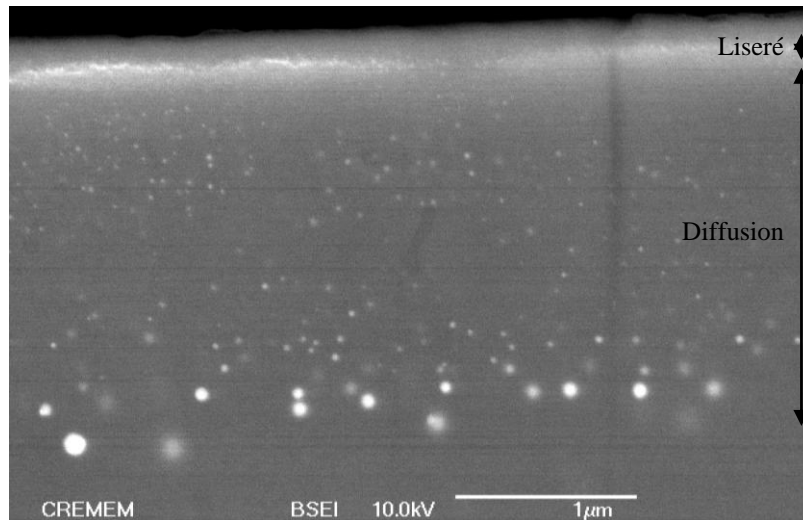


Figure n 170 : Shahrisabz (Ouzbékistan), Image en électrons rétrodiffusés (MEB FEG) du décor de lustre métallique du BDX 6344. Sous le liseré nettement visible (en blanc en haut de l'image) se trouve une importante diffusion dont l'épaisseur atteint 2,2 µm. Les colloïdes les plus proches du liseré mesurent de 12 à 20 nm de diamètre. En s'enfonçant dans la glaçure on trouvera des particules allant de 20 à 107 nm pour les plus grosses.

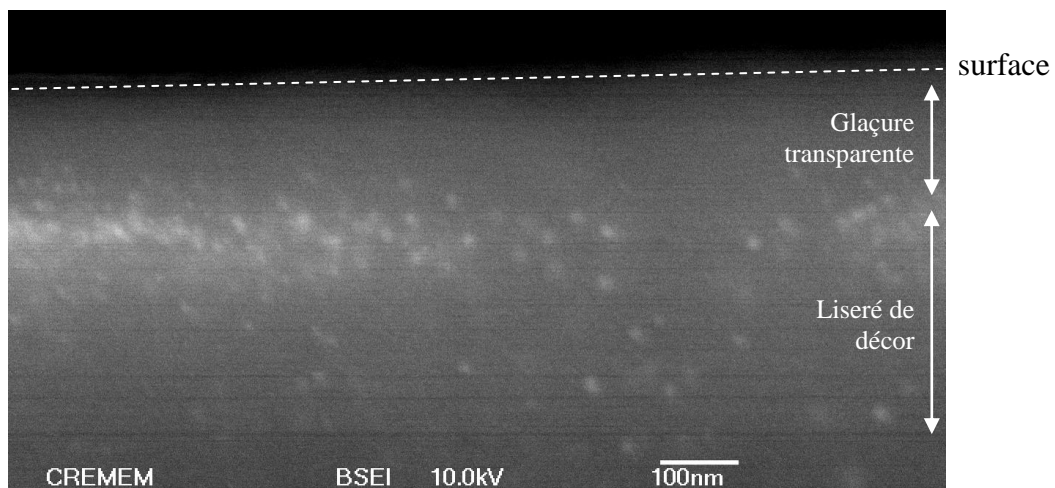
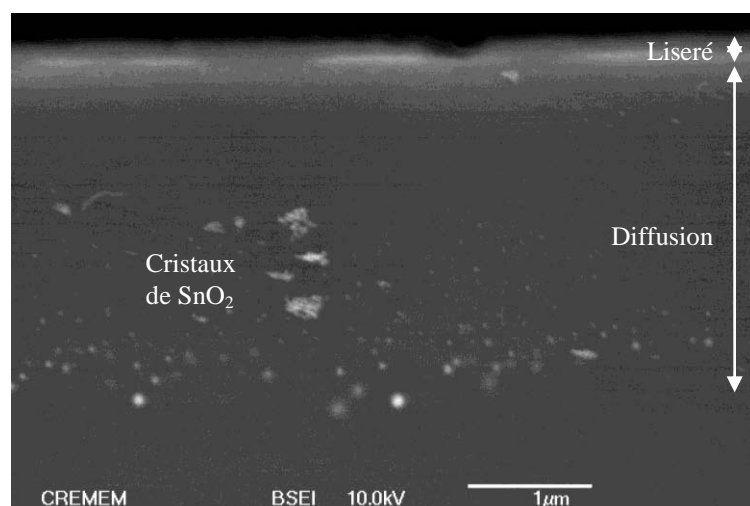


Figure n 171 : Shahrisabz (Ouzbékistan), Détail de l'image précédente. Les nanoparticules du décor de lustre métallique du BDX 6344 sont enfouies sous une couche d'environ 140 nm de glaçure vierge de tout cristal (métal ou cassitérite). Elles forment un liseré régulier, hormis dans une zone qui correspond à un trait finement sgraffité pour faire apparaître la glaçure blanche. Cette couche épaisse de 120 nm se compose de colloïdes métalliques subsphériques, dont les plus gros font 20 nm de diamètre.*

Figure n 172 : Shahrisabz (Ouzbékistan), Image en électrons rétrodiffusés (MEB FEG) du décor de lustre métallique du BDX 6344. Entre le liseré et les plus grosses particules de la diffusion du décor se trouvent des amas de cristaux de cassitérite (SnO_2) allant de 220 à 260 nm de long. Étant donné que la cassitérite se trouve sous la couche principale du décor elle n'a probablement pas d'influence sur la couleur du décor en réflexion spéculaire.



9.3. Composition élémentaire du décor

a/ *Spectrométrie d'absorption optique* : Elle a mis en évidence la présence de **colloïdes d'argent métallique** (Ag°) pour l'ensemble des échantillons. Les spectres présentent une bande d'absorption à 300 nm, caractéristique de la matrice vitreuse (Dubernet, 1997) ainsi qu'une seconde à 407 nm spécifique aux colloïdes d'argent (Magruder *et al*, 1994). L'absence de cuivre pourrait être due à l'altération de la surface des échantillons (desquamation) qui rendrait sa détection difficile.

b/ *Spectrométrie Raman* : Les analyses effectuées en spectrométrie Raman n'ont pas permis de résoudre le problème, car il a été **impossible** d'identifier les colloïdes métalliques au sein de la matrice vitreuse. Nous avons pu toutefois mettre en évidence pour chaque décor, quatre massifs larges autour de 1400 cm^{-1} , 970 cm^{-1} , 500 cm^{-1} et 180 cm^{-1} . Il s'agit probablement de « l'empreinte Raman » des métaux, qu'il est toutefois très difficile de percevoir, la silice interférant de manière récurrente avec les résultats. A ce problème s'ajoutent la présence de la couche de glaçure recouvrant le décor ainsi que la faible épaisseur de celui-ci.

c/ *Fluorescence de rayons X* : Le **cuivre** a finalement pu être détecté lors des analyses par fluorescence de rayons X. Les trois décors contiennent de l'**argent** et **cuivre**, avec une majorité d'argent (Ag_2O : 57 à 77 %) et une minorité de cuivre (CuO : 24 à 43 %) (sauf BDX 8020, équivalence) (tableau 51).

On constate que la concentration de métal est proche des 1 % atomique pour les BDX 6344 et 8020, alors quelle est très faible pour le décor de l'échantillon BDX 8026, autour de 0,40 % atomique. Cette différence pourrait être due soit à une altération bien plus prononcée de cet échantillon dont la surface est rayée.

	BDX 6344	BDX 8020	BDX 8026
Cu	0.26 ± 0.08	0.74 ± 0.28	0.11 ± 0.04
Ag	0.86 ± 0.21	0.96 ± 0.27	0.33 ± 0.05
Cu/(Cu + Ag)	23.95 ± 3.15	42.90 ± 3.59	24.27 ± 6.22
Ag/(Cu + Ag)	77.05 ± 3.15	57.10 ± 3.59	75.73 ± 6.22

Tableau n 51 : Shahrissabz (Ouzbékistan), Résultats de l'analyse élémentaire (en % atomiques) du décor de lustre métallique des échantillons BDX 6344, 8020 et 8026. Ces décors contiennent une majorité d'argent et une minorité de cuivre.

9.4. Discussion

a/ *Des rapports argent/cuivre évoquant ceux de Kairouan* : Les décors de lustre métallique des échantillons BDX 6344 et 8026, ont un **rapport argent/cuivre**, proche de celui des décors « **verts** » de **Kairouan**, à savoir une majorité d'argent et une minorité de cuivre (environ 2/3 – 1/3). Le décor du fragment BDX 8020, est lui plus proche des décors de Kairouan dits « **ocre jaune** », avec un rapport argent/cuivre sensiblement identique. Cette composition de décor majoritaire en argent, est assez rare en dehors des productions **Mésopotamiennes** (IX-X^{ème} s ap J.C.) et Égyptiennes (XI-XII^{ème} s ap J.C.), toutes antérieures de plusieurs siècles à la production de Shahrissabz.

b/ *Des différences nettes avec le lustre persan :*

Ces lustres métalliques timourides se différencient de la production persane de Kashan qui lui est contemporaine. Dans celle-ci les décors sont composés d'une large **majorité de cuivre** et rehaussés de traits de **bleu** de cobalt (partie I, chap 2 de cette thèse ; Chabanne, 2005), ce qui n'est pas le cas sur les fragments de Shahrisabz étudiés. Les artisans qui ont produit les lustres métalliques de Shahrisabz, s'ils étaient d'origine persane, n'ont pas laissé de signe distinctif sur les échantillons observés, ce qui aurait pu permettre de les identifier.

c/ *Hypothèses :* Depuis le XII^{ème} s ap J.C. on a constaté que les décors de lustre métallique avaient tendance à contenir plus de cuivre que d'argent. On peut alors se demander si dans le cas de Shahrisabz, il s'agit :

- D'un choix volontaire des artisans. La Mésopotamie faisant partie intégrante de l'empire Timouride, les céramistes qui ont fabriqué les objets pouvaient en provenir ou avoir été influencés par cette production, dont on retrouve à Afrasiab (ancienne Samarcande) de nombreux exemples importés au X^{ème} s ap J.C.

- Une demande du commanditaire (Timour) ou du maître d'œuvre, d'avoir des teintes autres que brun-rouge en réflexion diffuse.

- Un défaut d'approvisionnement en cuivre.

Ces lustres, relativement proches entre eux, pourraient être une **production locale** propre à Shahrisabz, laquelle serait différente de son ancêtre mésopotamienne et de sa voisine persane. Il faut toutefois rester prudent, un style ou une production ne pouvant être défini convenablement avec seulement trois fragments.

En résumé

Bien que ces décors ne présentent qu'une faible différence de teinte entre réflexion diffuse et spéculaire, nous sommes bien en présence de lustre métallique, comme l'atteste l'augmentation de la réflectance en réflexion spéculaire.

La principale particularité de ces décors de lustre métallique de Shahrisabz, est leur composition majoritaire en argent, ce que l'on ne retrouve plus depuis le XII^{ème} s ap J.C. ou rarement. Plusieurs hypothèses pourraient l'expliquer, notamment un choix technique ou une volonté du commanditaire.

Il est intéressant de constater que cette teneur élevée en argent, correspond aux recettes mentionnées par Abu'l Qasem dans son traité (Perse, 1301 ap J.C.). Jusqu'à présent, nous n'avons rencontré que des décors de lustres Persans composés d'une majorité de cuivre, ce qui allait à l'encontre des recettes citées. Le parallèle entre les deux, ne semble pas impossible, sachant qu'une grande partie des artisans déportés par Timour venait de Perse...

10. Étude du décor doré à la feuille sur glaçure et essais de re-création de tels décors

10.1. Travaux antérieurs effectués au laboratoire

Les études sur du matériel ouzbek (Samarcande, Afrasiab, Shahrissabz) entreprises au laboratoire depuis plusieurs années (Ney *et al*, 2003 ; Pacheco, 2007) ont apporté quelques éléments de réponse concernant les décors à la feuille d'or. L'or qui compose ce décor est **presque pur** et se présente sous forme de **feuilles** dont l'**épaisseur** varie de **0.5 à 3 μm** . Cette épaisseur pourrait être due à un besoin ou à une absence de maîtrise du procédé de battage, les artisans ramenés par Timour venant de plusieurs milieux et origines différentes. Les feuilles d'or étaient découpées puis fixées sur la glaçure. Abu'l Qasim, signale l'utilisation d'une colle comme **agent de liaison**, mais sa présence n'a pas pu être détectée. Le décor à l'or est **cerné** par un **décor rouge** composé d'hématite et de fritte de verre. Celui-ci contraste avec la teinte du métal et le protège des coulées de glaçure. Bien que les traités anciens mentionnent un chauffage à basse température ($< 800^{\circ}\text{C}$), il semblerait que ce ne soit pas le cas, certaines glaçures nécessitant de **hautes températures** ($> 800^{\circ}\text{C}$) pour entrer en fusion.

10.2. Étude du décor doré à la feuille d'or

10.2.1. Le décor à la feuille d'or

Le décor doré a une teinte fluctuant du **jaune** au **jaune-orange** (λ_d : 578 à 581 nm). La saturation et sa réflectance sont difficiles à évaluer à cause de l'état de **conservation** très **variable des décors** (L^* : 43 à 60). Étant donné la nature métallique de l'or, la réflectance (L^*) des décors intacts devait être très importante, entre 80 et 100 %. On observe logiquement sur certains échantillons l'augmentation de la réflectance en réflexion spéculaire, dans le cas de fragments d'or bien conservés (fig 173).

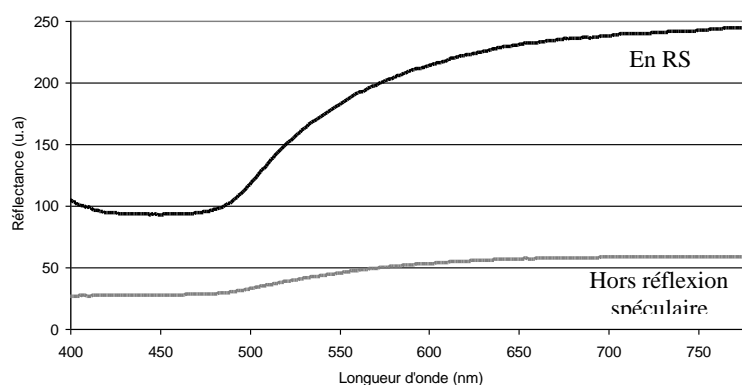


Figure n 173 : Shahrissabz (Ouzbékistan), Spectres de réflectance du décor à la feuille d'or de l'échantillon BDX 11850. Lorsque la feuille d'or est bien conservée, on observe une nette augmentation de la réflectance en réflexion spéculaire, l'intensité étant maximum.

Il s'agit de **feuilles** épaisses de 2 à 3 micromètres, de forme rectangulaire ou carrée selon le motif à réaliser (fig 174a). Les feuilles se composent en moyenne de 98.6 ± 0.20 % d'**or** et de $1,40 \pm 0,20$ % d'**argent**. Étant donné que l'or natif est souvent allié à l'argent (≤ 20

%) avec des impuretés, dont le cuivre (Foucault, 1997), il pourrait s'agir ici d'un or sans cuivre ou d'un matériau **purifié** par coupellation*.

Ce décor à la feuille d'or est systématiquement entouré par un **trait rouge** à base d'hématite dont la composition a été déterminée (paragraphe 11.6). Ce trait peut être sous, sur ou proche de la feuille de métal. Il met la **couleur de l'or en valeur** et permet d'éviter qu'une coulure de glaçure en fusion ne vienne recouvrir l'or (fig 174b).

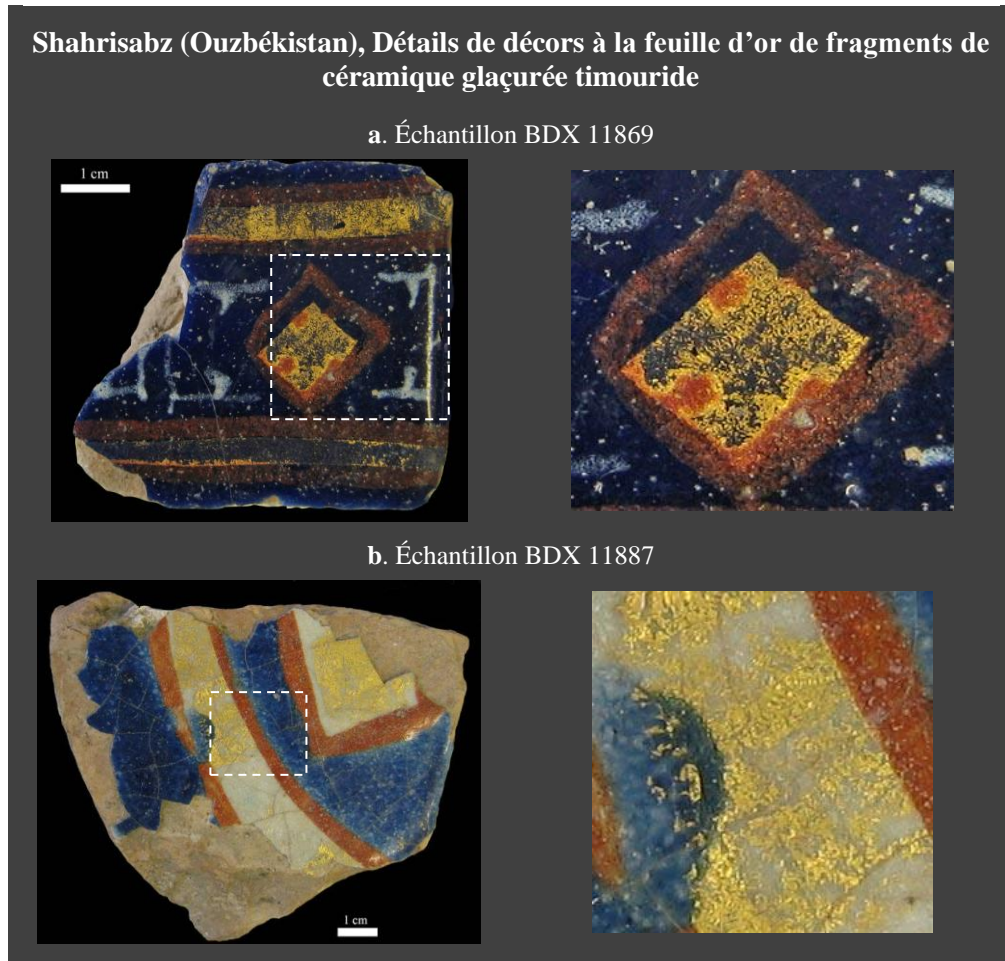


Figure n 174 : a. Feuilles d'or carrées ou rectangulaires sur lesquelles le décor rouge déborde parfois. b. Suite au chauffage, la feuille se retrouve parfois prise sous une couche de glaçure ayant coulé.

10.2.II. La liaison de la feuille d'or sur la glaçure

a/ *Un agent de liaison ?* Aucun agent de **liaison** entre l'or et la glaçure n'a été mis en évidence. Dans de rares cas, on constate la présence de cristaux d'**hématite** entre la feuille de métal et la glaçure (BDX 8047, 8056). Il pourrait s'agir de traces d'un « bol préparatoire » (ocre) ou d'une pollution venant du décor rouge voisin (pinceau mal nettoyé*). On observe aussi parfois de légères **traces jaunâtres**, à l'emplacement où l'or a disparu. Il pourrait s'agir de résidus/traces d'un éventuel liant et/ou de traces d'or résultant d'un processus de diffusion dans la glaçure (Darque-Ceretti *et al.*, 2002) (fig 175b).

b/ *Traitement thermique* : Un **traitement thermique** a été réalisé après la pose de l'or comme le prouvent certains échantillons dont la feuille métallique est prise entre la glaçure et les décors (fig 175b).

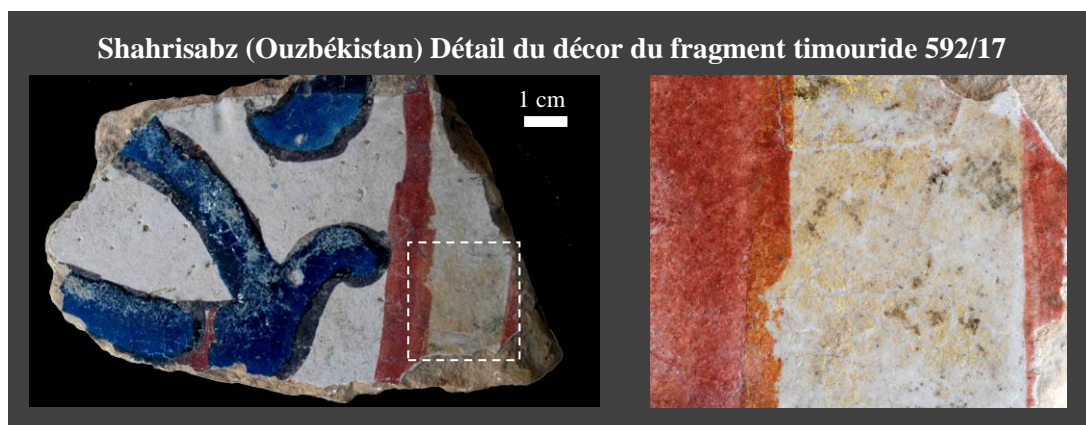
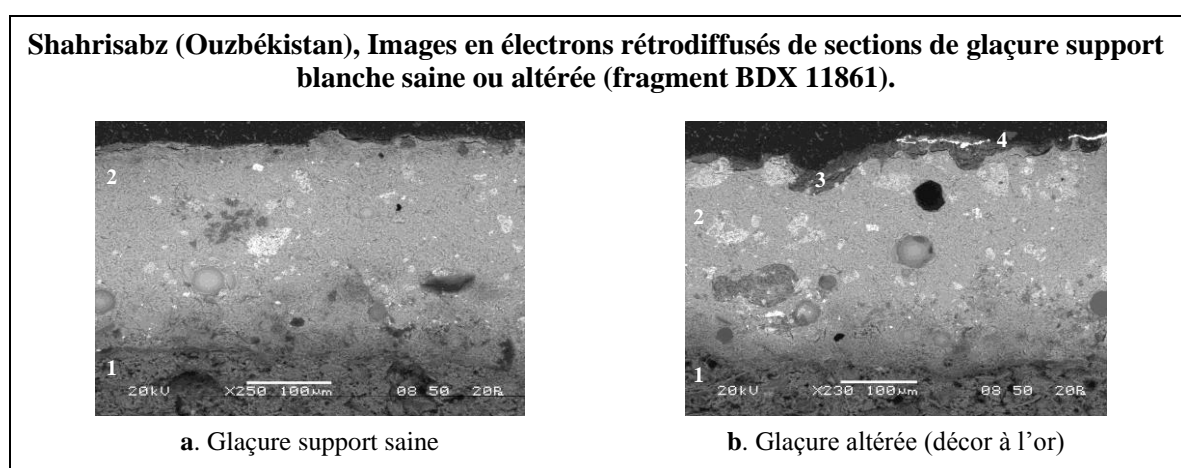


Figure n 175 : On observe de légères traces jaunâtres à l'emplacement où se trouvait la feuille d'or. Il pourrait s'agir de résidus de l'agent de liaison ou d'or.

10.2.III. La dégradation au niveau des feuilles d'or

a/ *Facteurs de la dégradation*: La **disparition** de la feuille d'or est la principale (et la plus visible) cause d'altération constatée. Les zones dorées sont alors reconnaissables au cerne rouge qui les encadre et parfois à des traces d'or encore visibles. Cette disparition peut avoir plusieurs causes : **altération** de la **glaçure**, **décollement** de la **feuille** d'or (lors d'une chute ou de son enfouissement), **action anthropique** (grattage).

b/ *Observations en microscopie électronique à balayage* : Elles montrent que la glaçure opaque blanche servant de support aux décors non métalliques (bleu, vert, etc.) est peu ou pas altérée (fig 176a), contrairement à celle des zones **dorées** (fig 176b), alors qu'à l'origine, leur composition élémentaire est identique (zones saines). En section, cette dégradation se présente, sous forme typique de **feuilletts d'altération** (fig 176b), qui sont en partie responsables de la disparition de la feuille d'or, celle-ci se détachant avec la desquamation de feuilletts (Rafaillac-Desfosse, 1994 ; Rafaillac-Desfosse et al, 2002).



1. Support céramique ; 2. Glaçure saine ; 3. Glaçure altérée ; 4. Décor à la feuille d'or

Figure n 176 : a. Glaçure blanche saine. b. Dans les zones dorées la glaçure présente une altération sous forme de feuillets qui ont emporté une partie de l'or (en blanc) lorsqu'ils se sont desquamés (en gris sombre).

c/ *Analyse élémentaire des zones altérées* : La surface d'où l'or a disparu, est en partie recouverte de **cupules circulaires** et des sections de **bulles** qui ont éclaté à la surface, créant des vides (fig 177a et b). L'analyse élémentaire, montre au niveau des cupules, une nette **diminution** des teneurs en **sodium** et en **plomb** par rapport à la glaçure saine. En parallèle, s'est produit un enrichissement effectif en **chlore** (fig 177c). On peut en conclure qu'il y a eu lixiviation des alcalins et formation d'un gel de silice, comme c'est le cas lors de l'altération de la glaçure transparente bleue (point 11.2 du chapitre).

d/ *Origine de l'altération* : Cette altération, ne semble pas avoir les tressaillures pour origine mais le **traitement thermique** du **décor à la feuille d'or**. Les bulles présentes uniquement sous les zones de décor doré, indiquent qu'il y a eu localement **ramollissement** de la glaçure. On peut estimer par comparaison avec les re-crétions de décor de lustre métallique, que la température atteinte **localement** a été d'au moins **550-600°C**. Sous cette température, seuls les 2-3 premiers micromètres de glaçure auraient ramolli et la glaçure trop pâteuse, n'aurait pas permis la circulation des bulles de gaz. Ces gaz ont créé des vides, ce qui a **diminué** la surface de contact entre or et glaçure et donc l'**adhérence** entre les matériaux. Les bulles et cupules ont servi de point de départ privilégié pour l'altération par les sels solubles, entraînant la formation de feuillets puis leur desquamation.

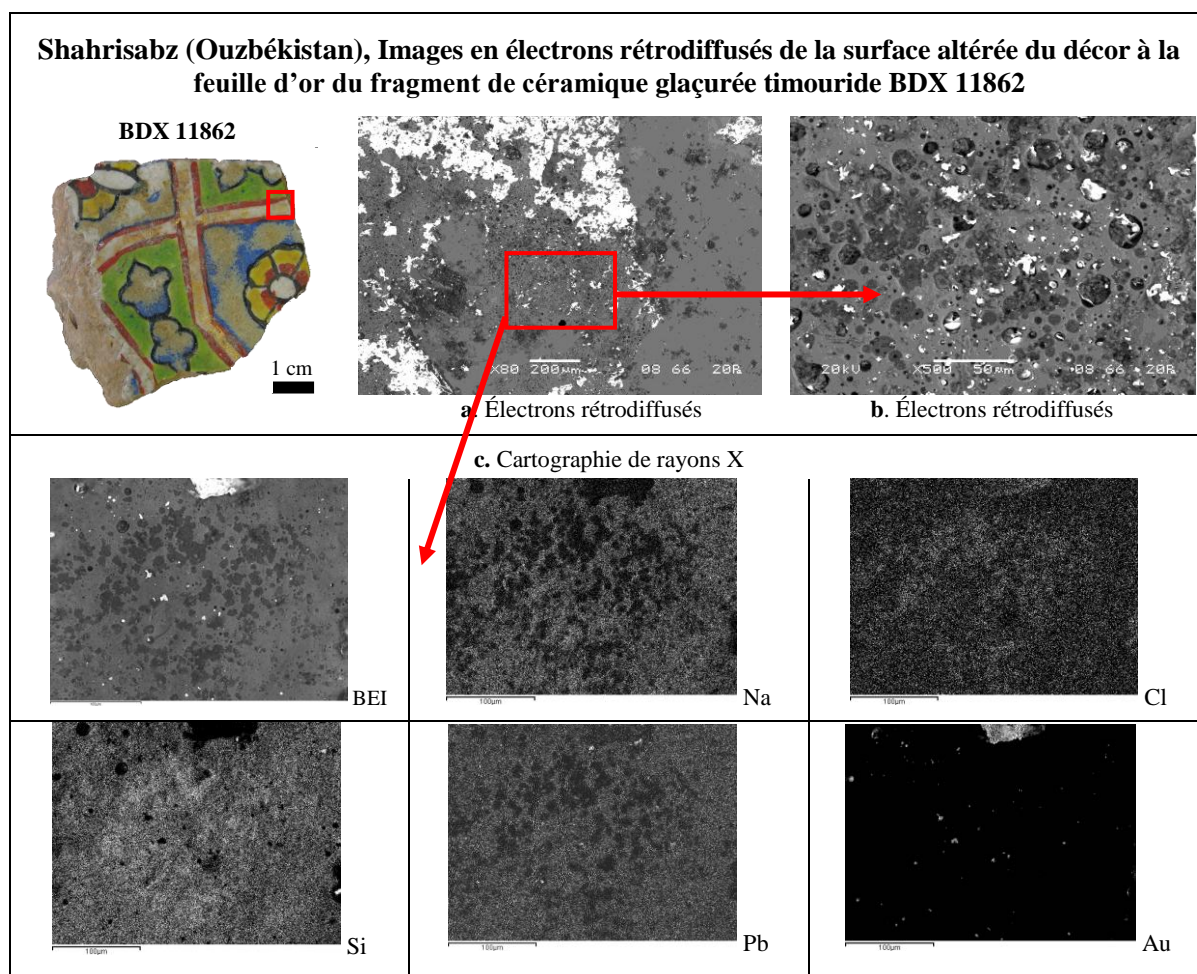


Figure n 177 : **a.** La feuille d'or qui a disparu permet d'observer la glaçure sous-jacente
b. La glaçure opaque blanche présente des bulles observées en section et des cupules d'altération (en gris sombre).
c. Une cartographie de rayons X, montre au niveau des cupules, une nette diminution des teneurs en sodium et en plomb par rapport à la glaçure saine. En parallèle, s'est produit un enrichissement en chlore et silicium.

10.3. Fabrication de carreaux de céramique glaçurée rehaussées d'un décor à la feuille d'or, selon le traité d'Abu'l Qasem al Kashani (1301 ap J.C.).

S'ils veulent dorer les objets transparents ou opaques ils martèlent un mithqal d'or rouge dans vingt-quatre feuilles, en mettant du papier couvert de plâtre entre elles. Ils les coupent soigneusement [dans les formes requises] avec des ciseaux, et les « collent avec un crayon » sur les récipients avec la colle dissoute, et les lissent avec du coton [...]. Chacun d'eux est mis dans une capsule de poterie dans le four de dorure, construit dans ce but, et cuisent du matin jusqu'à la nuit à chaleur douce. Quand ils sont cuits, le feu est réduit et le four scellé avec de l'argile. De temps en temps des échantillons sont examinés. Tous les morceaux dorés tels que l'écriture, etc., sont faits de cette façon [...].

Extrait du paragraphe 28 du traité d'Abu'l Qasem (Allan, 1973).

Dans son traité de 1301 ap J.C. sur la céramique, le persan Abu'l Qasem, évoque la fabrication de céramiques glaçurées décorées à la feuille d'or.

L'or était travaillé jusqu'à l'obtention de feuilles de l'épaisseur souhaitée, qui étaient ensuite découpées puis collées avec de la colle étendue d'eau à l'aide d'un brunissoir*, dit « crayon ». Il pourrait s'agir de gomme arabique, d'amidon ou bien encore de colles animales (os, peau de lapin, peau de poisson, etc.) (Okhra, 2003). Les pièces étaient ensuite lissées pour en parfaire l'aspect.

Le traitement thermique se faisait dans un moufle* (« capsule de poterie ») qui protégeait le décor des flammes, des cendres et partiellement de la réduction (fumées) dans un four spécialement conçu à cet effet. Le traitement thermique est dite longue (12 heures) et « douce ». S'il s'agit de la même température que pour le lustre métallique, dite également douce ou basse, aux environs de 500-600°C.

Après le traitement thermique le four est scellé pour que la descente en température se fasse naturellement. On peut estimer ce temps de refroidissement entre 48 et 72 heures, s'il s'agit d'un four de dimensions réduites, comme pour un décor de lustre métallique. Il n'est fait mention d'aucune rectification ou de polissage du métal après traitement thermique, signifiant que le carreau pouvait être employé dès sa sortie du four.

10.4. Essais de re-création au laboratoire de carreaux de céramique glaçurée rehaussées d'un décor à la feuille d'or

Les techniques décoratives employées à l'époque timouride à Shahrīsabz, sont encore utilisées de nos jours, hormis l'utilisation de l'or. En effet, d'autres techniques lui sont préférées, comme l'utilisation d'organométalliques (Ferro, 2003) ou de décalcomanies (chromos), plus faciles à appliquer, résistantes et moins onéreuses. Pour mieux appréhender ce décor doré, des essais de re-création ont été effectués au laboratoire.

10.4.I. Matériaux employés

a/ *Le support* : Le support (support céramique + glaçure) employé pour les décors à la feuille est le même que celui des re-créations de décor lustre métallique. La glaçure étant alcalino-plombifère opacifiée à l'étain comme la glaçure blanche support des carreaux timourides de Shahrīsabz, elle a semblé appropriée pour les essais à la feuille d'or.

b/ *Les feuilles d'or* : Les feuilles d'or choisies sont des feuilles de 23.75 carats*, soit un or pur à 99.9 %, les 0.01% restant étant composés d'argent. Fabriquées industriellement,

ces feuilles de 8 x8 cm, sont épaisses d'environ 0.400 μm (soit 400 nm). Il ne nous a pas été possible, au moment du travail, de trouver des feuilles de l'épaisseur souhaitée (quelques micromètres), celles-ci étant utilisées uniquement par quelques restaurateurs pour les dorures en extérieur.

c/ Les agents de liaison : Deux liants ont été testés : l'eau et la **gomme arabique** liquide. Ces techniques sont employées à l'heure actuelle par les restaurateurs et les ébénistes (Okhra, 2003). Un décor rouge, composé d'eau et de poudre d'**hématite** complète ce décor doré.

10.4.II. Préparation des échantillons à décor doré

a/ Préparation du carreau : Comme pour le lustre métallique, la glaçure est dépoussiérée et **dégraissée** à l'éthanol avant application du décor. Les feuilles d'**or**, légères et très fragiles, sont découpées en rectangles ou bandes fines avec un scalpel. Vient ensuite le liant.

b/ Application : Dans le cas de la **gomme arabique** liquide, un temps de repos d'une dizaine de minutes est nécessaire entre la pose du liquide et l'application de l'or (consigne du fabricant). La gomme, légèrement pâteuse est utilisée pure ou en solution avec de l'eau pour la fluidifier. Elle est appliquée tout comme l'eau (non distillée) à l'aide d'un pinceau propre, puis les feuilles d'or sont apposées. Lorsque le liant est de l'eau, la feuille glisse sur la pellicule aqueuse formée. Dans le cas de la gomme, la pose est plus difficile, la feuille ne pouvait être déplacée après contact avec le liant. Le moindre repli ou défaut est alors visible.

c/ Le cerne rouge : Pour simuler l'aspect visuel d'un décor décoré à la feuille d'or, des cernes rouges ont été tracés avec un mélange d'ocre rouge, de sable broyé et d'eau, conférant à la couche un aspect plus ou moins granuleux, proche du modèle ancien. Après quelque temps de séchage (évaporation de l'eau) le décor à l'or a été légèrement poli au coton pour l'aplanir (brunissage).

10.4.III. Traitement thermique des échantillons à décor doré

a/ Protocole : Abu'l Qasem mentionne un traitement thermique à basse température pour le décor à l'or, ce que contredit parfois la bibliographie (Pacheco, 2007). Pour obtenir une estimation de la température, nous avons procédé à des essais de traitement thermique oxydant entre 400 et 800°C. Le protocole de traitement thermique en **four électrique** a comporté une montée lente à 100°C/h, suivie d'un palier d'une heure à la température maximum, puis d'une descente lente à 100°C/h.

b/ Résultats : L'or ne présente **aucune dégradation** ou modification visuellement perceptible jusqu'à **500°C** pour le décor à la gomme arabique et **600°C** pour le décor à l'eau (fig 178). Au-delà de ces températures la couche d'or se **dégrade**, disparaissant peu à peu jusqu'à ne plus laisser sur la glaçure qu'une marque orangée à 800°C (fig 178), s'accompagne d'une légère pénétration du métal dans la matrice vitreuse (Au %). Il semble que la feuille d'or se soit sublimée progressivement durant le traitement thermique, de l'extérieur (face en contact avec les gaz) vers l'intérieur (face en contact avec la glaçure).

Cette dégradation est probablement due à l'**épaisseur** de la feuille inférieure à 0.5 μm , contrairement aux feuilles timourides, épaisses de 3 μm en moyenne. Même si les artisans timourides avaient potentiellement la capacité de réaliser des feuilles d'épaisseur inférieure, la résistance de l'or au déchirement et à la sublimation a dû déterminer leur choix quant à l'épaisseur du matériau.

c/ *Température de chauffe* : Il n'a pas été possible de déterminer la température de traitement thermique appliquée sur les carreaux anciens, la feuille d'or qui les décore étant jusqu'à 10 fois plus épaisse que celle des re-crétions. On peut toutefois penser qu'elle a dû être relativement élevée, car dans de rares cas on observe des coulées de glaçure.

d/ *Le trait rouge* : La présence du **trait rouge** ne semble pas avoir d'influence physique sur la feuille d'or. On constate que le liant a tendance à pénétrer dans la couche rouge et à s'y mêler avant chauffage, ce qui expliquerait peut être les grains rouges parfois observés sous la feuille d'or.



Figure n 178 : La feuille d'or ne présente aucune dégradation jusqu'à 500°C, qu'elle ait été posée avec de l'eau ou de la gomme arabique. Au-delà de ce cette température des différences apparaissent, le métal se dégradant peu à peu jusqu'à « disparaître » à 800°C. On note que cette disparition est plus rapide pour les carreaux ayant pour liant de la gomme arabique.

10.5. Pourquoi un décor à la feuille d'or non protégé ?

La **fragilité** de la feuille d'or est la raison pour laquelle depuis l'antiquité les artisans posaient une couche de verre protectrice sur le métal : tesselles byzantines, majoliques italiennes (Schvoerer *et al*, 2005), etc. On connaît en Asie Centrale de rares exemples de carreaux à décor doré non protégé, antérieurs à la période timouride. C'est le cas des fragments de décor mural du palais du **Takht-e Suleiman**, bâti en Perse au XIII^{ème} s ap J.C. (Pacheco, 2007). Ces carreaux comportent un décor à la feuille d'or dont les caractéristiques sont proches des décors timourides. Une partie des artisans employés pour la décoration de l'Ak Saray provenant de Perse, ils ont pu apporter la technique.

Dans le cas des motifs complexes et des **moulages**, il semble difficile d'employer une couche de verre protectrice qui aurait entraîné déchirements et déformations. L'utilisation de l'or sans protection avait pour avantage de réaliser des motifs de formes et dimensions variées dont la couleur et la réflectance étaient importantes. Malheureusement, ce type de décor a mal supporté à long terme le traitement thermique et surtout l'enfouissement qui ont entraîné sa dégradation.

10.6. Défauts du traitement thermique

Le traitement thermique et la décomposition d'un liant organique entraînent un certain nombre de phénomènes sous la couche d'or :

- La gomme arabique employée durant les essais est **carbonisée** à 250°C (Encyclopédia Universalis, 2009) (fig 179a), ce qui a entraîné la formation de **gaz** (Monoxyde ou/et dioxyde de carbone, etc.).

- Ces gaz se sont retrouvés piégés sous la feuille de métal, la **boursouflant** (fig 179b).

- Étant donné l'extrême finesse de la couche d'or, la pression a entraîné par endroit des **craquelures** de la feuille (fig 179c), libérant les gaz.

On observe des craquelures sur un certain nombre d'objets anciens mais **pas de traces de carbone ou de boursoufflures** qui, si elles ont existées, ont pu être effacées par l'altération. Cela montre que les céramistes avaient connaissance d'un certain nombre de paramètres, comme la nécessité d'une feuille d'or assez épaisse et la maîtrise parfaite du traitement thermique pour éviter des défauts de traitement thermique rédhibitoires. On comprend ainsi pourquoi Abu'l Qasem mentionne le prélèvement d'échantillons durant le refroidissement, lequel avait pour but de surveiller la tenue du métal.

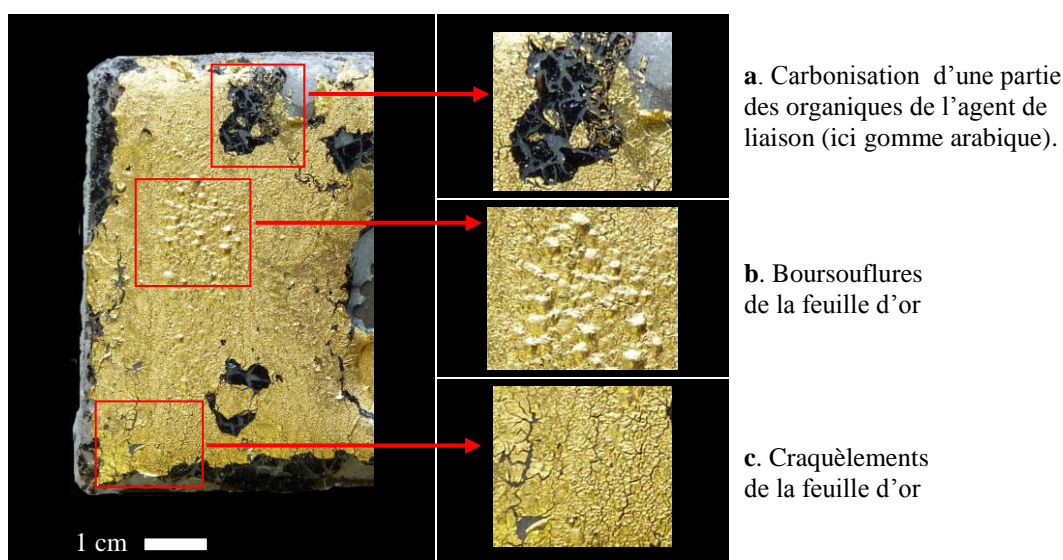


Figure n 179 : Shahrisabz (Ouzbékistan), Défauts d'une feuille d'or après application sur une céramique glaçurée avec de la gomme arabique et traitement thermique en atmosphère oxydante à 400°C. La gomme arabique a été carbonisée durant le traitement thermique (a), ce qui a entraîné la formation de gaz qui ont soit été piégés sous la feuille de métal (b), soit s'en sont échappés en craquelant le métal (c).

En résumé,

Le décor doré composé de près de 99 % d'or, a une teinte allant du jaune au jaune-orange. Il est systématiquement entouré d'un trait rouge vitrifié qui met en valeur la couleur et évite les coulées de décor lors du chauffage. Aucun agent de liaison n'a pu être mis en évidence, bien que selon Abu'l Qasem un liant organique était employé.

La feuille d'or a souvent disparu, à cause d'une altération de la glaçure support causée par une accumulation d'humidité entre la glaçure et la feuille d'or craquelée. L'utilisation d'une couche d'or épaisse de quelques micromètres se justifie par une meilleure résistance au traitement thermique et donc aux accidents de cuisson. Ainsi, les feuilles d'or craquelent peu et la glaçure sous-jacente s'altère moins rapidement, préservant l'intégrité de l'ensemble.

11. Les décors : bleu, turquoise, vert, jaune, rouge, noir et blanc

Les carreaux timourides provenant de Shahrisabz, peuvent être ornés d'un décor bleu, turquoise, vert, jaune, rouge, noir ou/et blanc. Pour faciliter la lecture, les résultats de spectroradiométrie et de fluorescence de rayons X des décors, sont regroupés à la fin de cette étude.

11.1. Réalisation des décors d'après le traité persan d'Abu'l Qasem (1301 ap J.C.)

D'après la bibliographie évoquant l'Ak Saray (Pougachenkova, 1981), une partie des artisans chargés de décorer le palais étaient **persans**. Il semblerait donc logique que certaines des techniques mises en œuvre, soit aussi d'origine persane.

Dans son traité sur la céramique du XIV^{ème} s ap J.C., le persan **Abu'l Qasem al Kashani** (Allan, 1973), évoque la fabrication des décors de lustre métallique ainsi que des céramiques glaçurées polychromes, décorées ou non à la feuille d'or.

25. [...] S'ils veulent une terre **verte** ils les enduisent d'un mélange de dix parts de glaçure en poudre au quart d'une partie de **cuivre** grillé [...]. S'ils emploient une part de **lajvard** [broyé] à quarante parts de fritte il devient **bleu** transparent comme un saphir. Si pour chaque dix parts de fritte ils ajoutent 1 part de **maghnisiya** il sort du **noir** comme shabeh, et s'ils en ajoutent moins il sort un **rouge** de la couleur d'une **aubergine**. S'ils veulent une couleur opaque telle que la **turquoise** ils ajoutent pour chaque man d'**étain** moulu dix dirhams de **cuivre** grillé, et s'en servent comme enduit. S'ils veulent la couleur **bleue** ils ajoutent [à la fritte] dix dirhams de **sulaimani** et barbouillent et enduisent les récipients de celui-ci [...]

28. Pour le **rouge** ils mélangent le **qamsari** avec la **fritte broyée** et l'**embellissent** avec lui. Pour le **blanc**, ils peignent avec le **blanc d'étain** dissous dans la glaçure ; pour le **noir**, ils emploient le **muzarrad** mélangé à la **glaçure** ; et pour le **jaune**, la **limaille de fer** dissoute dans la glaçure. [...]

Extraits des paragraphes 25 et 28 du traité d'Abu'l Qasem al Kashani (Allan, 1973).

D'après les traductions et interprétations du texte (Allan, 1973 ; Rouhfar, 2004), les couleurs **vertes** et **turquoises** étaient produites avec du **cuivre**, le **bleu** avec du **cobalt**, le **jaune** et le **rouge** avec du **fer** et le **blanc** avec de l'**étain**. Toujours, selon Abu'l Qasem, le **noir** était réalisé à base de **manganèse** ou d'un mélange de manganèse et de **chromite** (FeO, Cr₂O₃). Il précise qu'en teneur moindre, on obtient du **violet**.

Comme nous le verrons par la suite, la chromite ne sera pas retrouvée dans les résultats d'analyses élémentaires des carreaux de Shahrisabz, contrairement au manganèse. Il n'est pas fait mention de la couleur **orange** que nous avons caractérisé, car elle était peut être considérée comme une nuance plus soutenue de jaune.

Tous les chromogènes étaient mélangés avec de la fritte en poudre avant application hormis l'étain, celui-ci faisant partie du mélange de base des frites opaques (silice, fondants et d'oxyde d'étain).

11.2. Le décor bleu

a/ *Composition élémentaire* : Ce décor **bleu** (λ : 475 à 476 nm) est relativement **sombre** (Pe : 25.28 à 32.83 % et L* : 33.52 à 45.49 %). Des **fondants** alcalins et plombifères (Na_2O : $12,64 \pm 1,34$ % ; K_2O : $2,11 \pm 0,63$ % et PbO : $9,41 \pm 1,74$ %), ont été mélangés au chromogène, le **cobalt** Co^{2+} (épaulements de SAO à 538, 597 et 650 nm) (CoO : $0,38 \pm 0,17$ %) (fig 180) et à un opacifiant, l'**étain** (SnO_2 : $3,59 \pm 1,04$ % en moyenne). Comme pour la glaçure transparente bleue on remarque une teneur en **fer** relativement élevée (Fe_2O_3 : $3,40 \pm 1,64$ %) qui pourrait être une impureté du minerai de cobalt (Porter, 1997) ou un ajout volontaire des céramistes pour nuancer la teinte du bleu (Rhodes, 1999).

b/ *État de conservation* : Cette couche épaisse d'environ 200 μm est sujette à une **altération** générale (≈ 90 % des échantillons) qui se manifeste sous forme de **cupules**, avec une **opacification** (fig 162o) et un **changement** de **teinte** du décor qui devient **jaune** « miel » et enfin, un détachement systématique ou **desquamation**.

On retrouve ce même type d'altération sur les verres alcalins lixiviés par l'eau chargée de sels du milieu d'enfouissement. Le décor contenant autant de fondants alcalins que de plomb (fig 180), est sensible à ce type d'altération, contrairement à la glaçure support, plus riche en plomb (Rafailac Desfosse, 1994).. L'eau qui a pénétré le décor par les tressaillures, fractures et piquûres a lixivié les alcalins, notamment le **sodium** qui a presque entièrement disparu de la couche altérée (Na_2O : $1,80 \pm 0,69$ % et K_2O : $1,02 \pm 0,02$ %), laissant place à un matériau à base de **silice** (SiO_2 : $73,63 \pm 1,35$ %) (fig 181c).

Le décor qui contenait 23 % de fondants, n'en contient plus que 12.5 %, ce qui le fragilise. La formation du « gel » de silice a entraîné la migration d'autres éléments, notamment la **cassitérite**, qui est absente de la couche altérée (SnO_2 : nd) (fig 181c), car elle s'est accumulée à la surface de la glaçure support saine. La couche altérée devrait donc être transparente, mais étant donné la formation de feuilletts d'altération, l'impression d'opacité subsiste. Ces couches opaques ont une teinte jaune, donnée par le fer Fe^{3+} qui a migré vers la surface (Fe_2O_3 : $5,78 \pm 0,48$ %) (fig 181c) (fig opa). Les feuilletts altérés se desquament ensuite peu à peu, mettant à nu de nouvelles zones de glaçure qui sont attaquées par les sels, jusqu'à destruction complète de la couche, au point qu'il est parfois impossible d'identifier la teinte d'origine du décor.

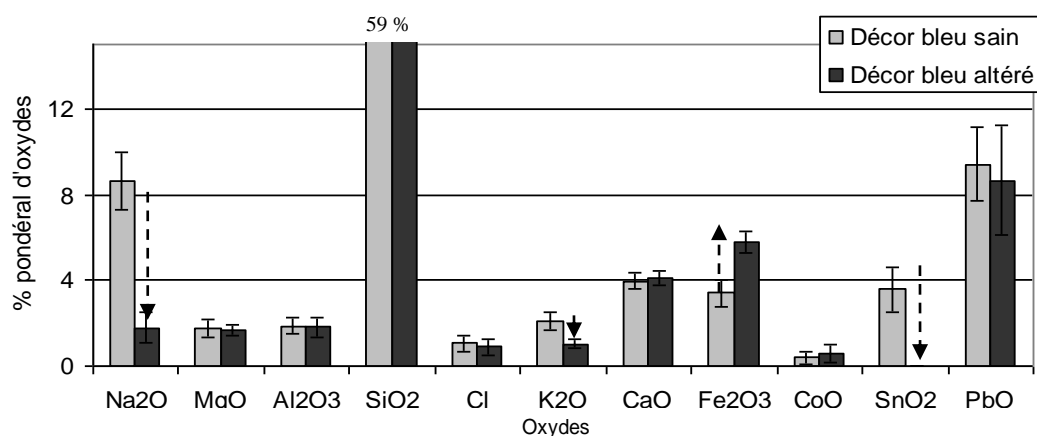


Figure n 180 : Shahrisabz (Ouzbékistan), Histogramme des résultats d'analyses quantitatives du décor bleu cobalt sain ou altéré de l'échantillon de céramique glaçurée timouride BDX 8040. On constate qu'il y a eu lixiviation des alcalins (notamment du sodium), ainsi qu'une migration du fer et de l'étain.

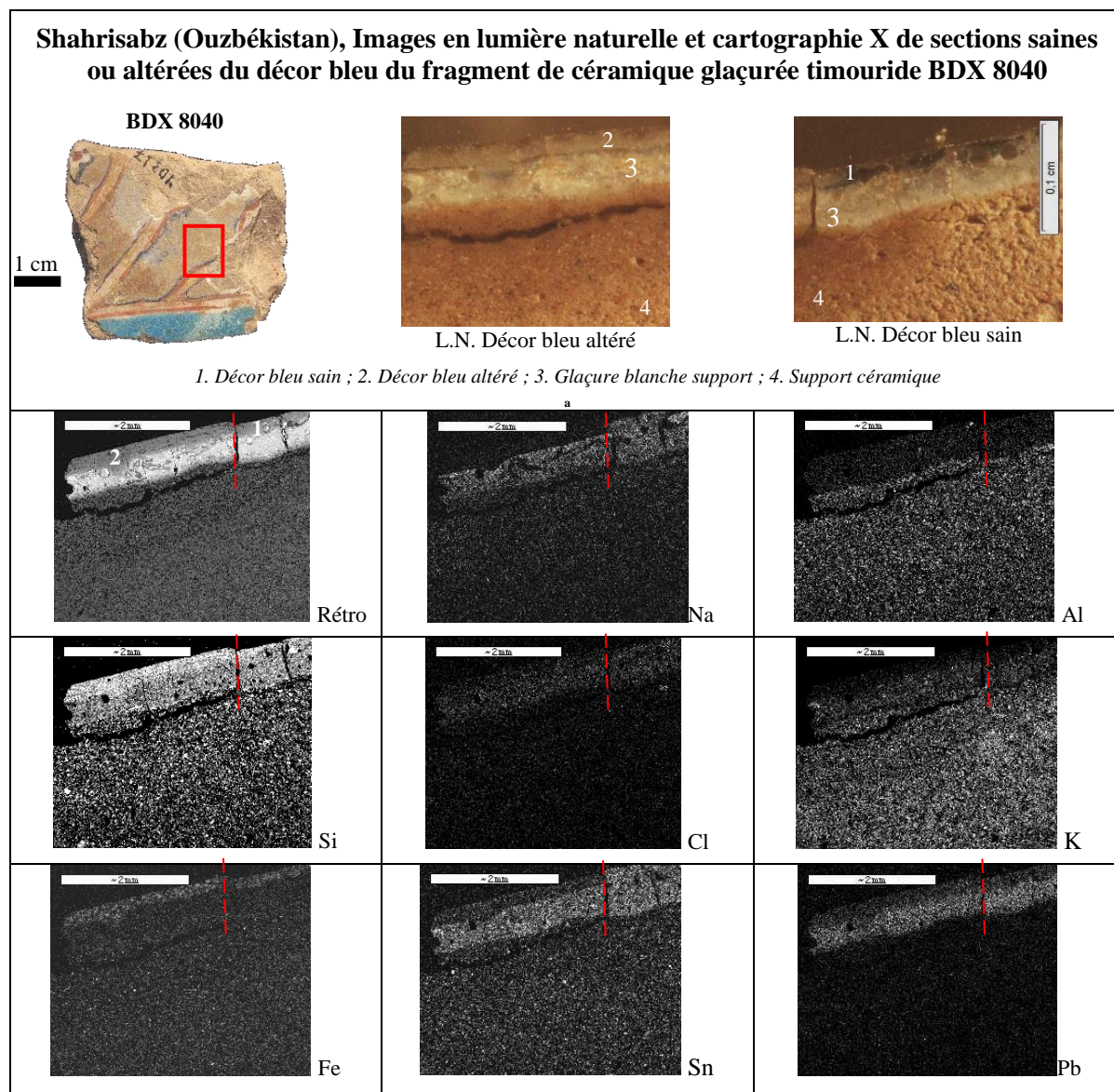


Figure n 181 : L'eau chargée de sels qui a pénétré le décor par les tressaillures et fractures a lixivié partiellement les alcalins (Na^+ et K^+), laissant place à un gel solide de silice. D'autres éléments ont migré, notamment l'étain Sn et le fer Fe^{3+} qui donne sa teinte miel à la glaçure altérée.

11.3. Le décor turquoise

a/ *Composition élémentaire* : Il s'agit d'une couche vitreuse **bleu-verte** (λ : 487 à 490 nm), **alcalino-plombifère** (Na_2O : 11.14 ± 0.52 % ; K_2O : 1.74 ± 0.10 et PbO : 16.36 ± 0.92 %) opacifiée à l'**étain** (SnO_2 : 8.56 ± 1.2 %) et colorée dans la masse par l'ion Cu^{2+} (large bande d'absorption à 550 nm) (Cu_2O : 2.73 ± 0.16 %). Son aspect se rapproche visuellement de la glaçure turquoise, bien que l'on constate une différence chromatique, la glaçure étant généralement plus claire (Pe : 8.97 à 12.31 et L^* : 49.31 à 72.74) que le décor (Pe : 24.5 et L^* : 38.7 à 60).

Les deux matériaux vitreux sont de composition identique, bien que la glaçure soit posée sur terre cuite et le décor sur verre. La glaçure ayant été adaptée au coefficient de

dilatation de la terre cuite, une seconde couche de verre de même formule est un choix judicieux, car s'adaptant sans difficulté.

b/ État de conservation : Ces décors sont généralement en bon état, hormis lors de la présence de tressaillures (dus à la glaçure) ou des fractures par lesquelles l'eau chargée de sels a pénétré et altéré le verre. Certaines zones peuvent être sujettes à une opacification (non généralisée) qui leur donne une teinte opaque blanchâtre.

11.4. Le décor vert

a/ Composition élémentaire : Ce décor **vert** (λ d : 503 à 515 nm) est un verre **alcalino-plombifère** (Na_2O : 5.47 ± 1.28 ; K_2O : 1.93 ± 0.56 ; PbO : 31.94 ± 6.15 %) opacifié à l'**étain** (SnO_2 : 6.82 ± 1.25 %) et coloré dans la masse par l'ion **cuivre** Cu^{2+} (large bande d'absorption à 550 nm) (Cu_2O : 1.21 ± 0.46 %). La faible teneur en alcalins (≈ 7 %) accompagnée d'une forte teneur en plomb (≈ 32 %) explique la couleur verte et non turquoise du décor.

Ce décor vert étant toujours posé sur une glaçure support opaque blanche, on peut se demander pourquoi un mélange stannifère a été utilisé alors qu'une glaçure transparente aurait pu convenir. La réponse peut être technique (mélange de base stannifère) ou esthétique, ce décor vert ayant une **teinte particulière**, différente de celle que l'on observe habituellement pour les glaçures plombifères opaques colorées en vert par l'ion Cu^{2+} (fig 182).

b/ État de conservation : ces décors sont généralement en bon état, hormis lors de la présence de tressaillures ou de fractures, généralement peu nombreuses. De rares zones de petites dimensions sont sujettes à une opacification qui leur donne une teinte opaque miel. Celles-ci sont souvent en contact avec des zones de décor bleu altérées et opacifiées.

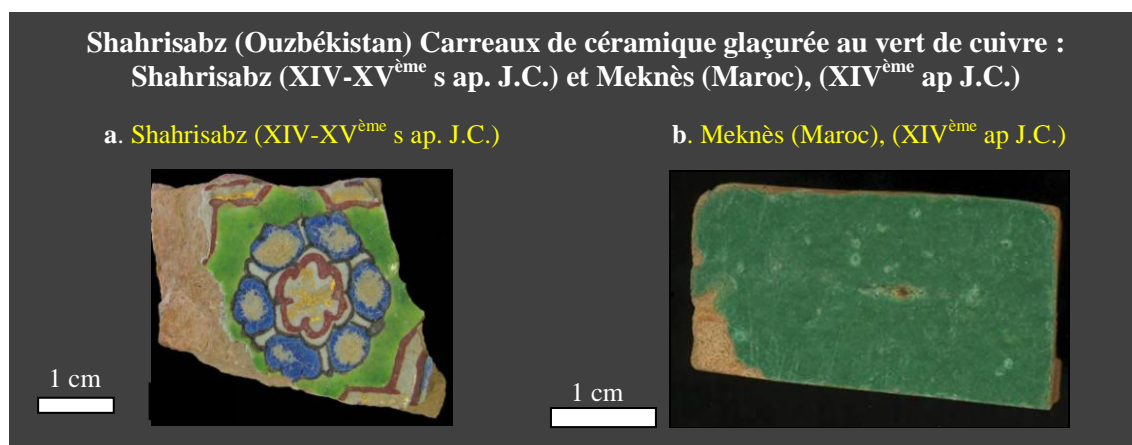


Figure n 182 : Le rendu (teinte, saturation) du décor vert des carreaux polychromes de Shahrisabz (a) est différent de celui que l'on observe habituellement sur des carreaux couverts par une glaçure opaque verte (b). L'exemple choisi ici est un fragment de zellige (équivalent d'un mo'arraq) de Meknès (Maroc), contemporain des carreaux de Shahrisabz (Ben Amara, 2001).

11.5. Le décor jaune

a/ Composition élémentaire : Le décor **jaune** (λ : 576 à 579 nm) est également une matière vitreuse. Celle-ci est **alcalino-plombifère** (Na_2O : 12.69 ± 1.0 % ; K_2O : 2.90 ± 0.14 % et PbO : 15.29 ± 1.29 %) opacifiée à l'**étain** (SnO_2 : 7.74 ± 1.81 %). En l'absence d'antimoine, on peut penser qu'elle est colorée par l'ion **fer** Fe^{3+} (Fe_2O_3 : 3.28 ± 0.34 %), ce que la spectrométrie

d'absorption confirme. Comme les autres décors, celui-ci est riche en carbonate de calcium (CaO: $4.63 \pm 0.39\%$) ce qui peut résulter d'un choix technique (meilleur coefficient de dilatation) ou des matières premières (ex : dolomite). Le décor perçu visuellement **orange**, est jaune-orange (λ_d : 580-583 nm), avec une teneur en fer qui varie de 4 à 6 % selon les objets.

b/ *État de conservation* : ce décor est généralement en bon état, hormis lors de la présence de tressaillures ou de fractures, généralement peu nombreuses. De rares zones de petites dimensions sont sujettes à une opacification qui leur donne une teinte opaque miel. Celles-ci sont souvent en contact avec des zones de décor bleu altérées et opacifiées.

11.6. Le décor rouge

a/ *Composition élémentaire* : Le décor perçu visuellement **rouge** a en fait une teinte **jaune-orange** à **orange** (λ : 581 à 593 nm), dont la saturation et la réflectance varient selon l'état de conservation (Pe : 24.07 à 40.60 et L^* : 39.04 à 66.17). Le chromogène a été identifié par spectrométrie Raman comme étant le fer Fe^{3+} sous forme d'**hématite** (pics à 609, 495, 408, 292 et 226 cm^{-1}) (fig 183) (Colomban, 2003). Des grains d'oxyde de fer (Fe_2O_3 : $8.55 \pm 0.49\%$) sont pris dans une matrice vitreuse **alcalino-plombifère** (Na_2O : $9.69 \pm 0.45\%$; K_2O : 2.97 ± 0.14 et PbO : $10.41 \pm 1.29\%$) opacifiée à l'**étain** (SnO_2 : $4.77 \pm 1.49\%$).

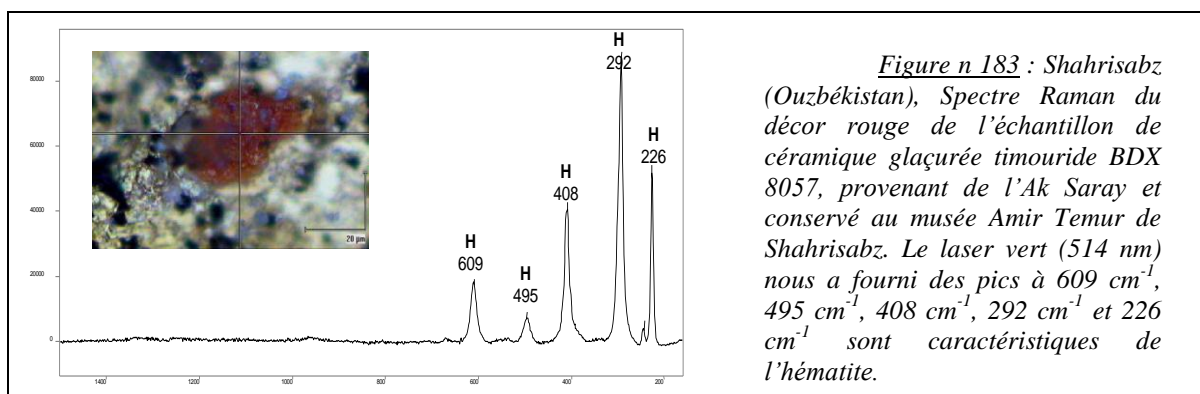


Figure n 183 : Shahrissabz (Ouzbékistan), Spectre Raman du décor rouge de l'échantillon de céramique glaçurée timouride BDX 8057, provenant de l'Ak Saray et conservé au musée Amir Temur de Shahrissabz. Le laser vert (514 nm) nous a fourni des pics à 609 cm^{-1} , 495 cm^{-1} , 408 cm^{-1} , 292 cm^{-1} et 226 cm^{-1} sont caractéristiques de l'hématite.

b/ *La couleur rouge* : Il s'agit de la couleur la plus **difficile** à produire sur des céramiques ou verreries, le fer Fe^{3+} diffusant dans la phase vitreuse et est sensible à la réduction, même légère, durant le traitement thermique. L'atmosphère d'un four n'étant jamais complètement oxydante, ni même neutre*, le fer doit être protégé (passivé) pour garder sa teinte rouge. Le choix des céramistes de Shahrissabz s'est porté sur l'utilisation d'hématite mélangée à de la poudre de verre qui, en fondant a enrobé et protégé le chromogène.

Certains décors sont très granuleux en surface, indiquant que la fritte a été broyée grossièrement et que le traitement thermique n'a pas été suffisant pour permettre la fusion totale des particules de verre. Cet aspect parfois « grossier » n'était pas un défaut rédhibitoire pour les céramistes, les carreaux étant posés à plusieurs mètres de hauteur. Une technique similaire, dite **Rouge d'Iznik**, sera employée par les céramistes ottomans à partir de 1550 ap JC jusqu'au début du XVIII^{ème} s ap J.C. (Ben Amara *et al*, 2003 ; Schwoerer *et al*, 2003).

Ce décor sert parfois de **remplissage**, mais surtout à **cerner** les différentes zones de couleurs ce qui évite les mélanges lors du traitement thermique. Il est aussi utilisé de manière récurrente en **association** avec le décor à la feuille d'**or** qu'il délimite. L'utilisation de la couleur rouge n'est pas anodine, car elle augmente très nettement le **contraste** entre les différentes teintes, notamment le jaune de l'**or** (fig 184), ce que le noir ne permet pas.

c/ *État de conservation* : Ce décor est généralement en bon état de conservation, sauf lorsqu'il a été tracé en traits fins (1 à 2 mm de large), qui se détachent assez facilement.

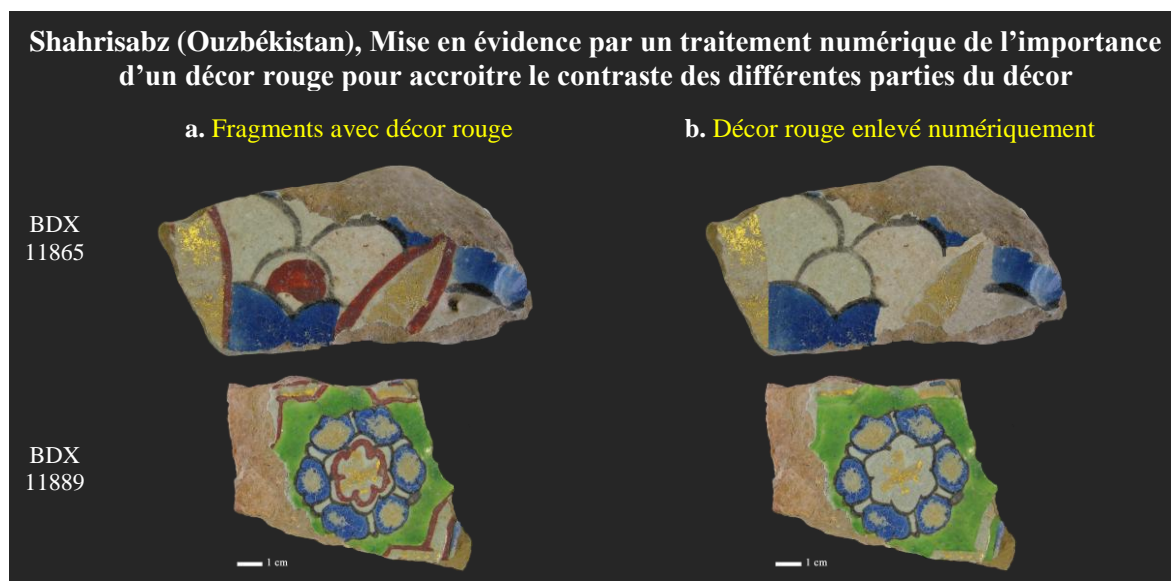


Figure n 184 : a. Les carreaux polychromes choisis comportent des plages bleues, blanches et vertes délimitées par un trait noir, ainsi qu'un décor doré cerné de rouge. Les contrastes entre les teintes sont nets et bien visibles b. Une fois le décor rouge retiré numériquement, les carreaux ne présentent plus le même aspect, le contraste avec les autres couleurs ne mettant pas assez l'or en valeur, notamment sur fond de glaçure blanche.

11.7. Le décor noir

a/ *Composition élémentaire* : Ce décor **alcalino-plombifère** (Na_2O : 8.36 ± 1.34 ; K_2O : 2.90 ± 0.48 et PbO : 8.26 ± 1.74 %) est faiblement opacifié à l'**étain** (SnO_2 : 2.37 ± 1.06 %). Sa teinte perçue visuellement **noire** (fig 185a et b) est en fait **vert à vert-jaunâtres sombre** (λ : 502 à 540 nm ; L^* : 6.16 à 11.42 et Pe : 6.02 à 8.56 %). La couleur est obtenue par un mélange de **fer**, **manganèse**, et **cobalt** (Fe_2O_3 : 20.87 ± 0.21 %, MnO_2 : 2.71 ± 0.45 % et CoO : 0.18 ± 0.03 %). Le manganèse ayant un pouvoir colorant moins important que le cobalt, il faut en introduire de 2 à 3 %, pour teinter la glaçure de manière franche. Le fer et le cobalt permettent de rajouter une nuance bleutée au décor, qui peut devenir **violet**.

b/ *Une nuance : le violet*. La couleur du décor perçue comme **violette**, est d'une grande complexité dans la mesure où elle est « nuancée », au point de donner la sensation d'une dominante violette nuancée de bleu, de rose, d'orange... Elle peut, dans le cas des décors très saturés et sombres, être considérée comme une nuance du noir. Cette variation de teinte est liée à la teneur en chromogènes du mélange colorant (ratio de 1 à 3). Il s'agit probablement d'un même mélange qui a été « dilué » par ajout de fritte, pour en éclaircir la teinte. Le décor noir est utilisé pour tracer les **contours** (fig 185a), évitant ainsi le mélange des couleurs lors de la cuisson thermique. Il est plus rarement employé en tant que **remplissage** de formes (fig 185b), ce qui en revanche, est toujours le cas du violet (fig 185c et d).

b/ *État de conservation* : Les décors noirs lorsqu'ils servent de contours semblent peu altérés. En revanche, lorsqu'ils sont employés comme remplissage, on observe parfois une altération, notamment sous forme d'une légère opacification. Cette différence, n'est pas dû à une différence de composition, mais à l'altération de la glaçure support.



Figure n 185 : a. Le décor noir peut être utilisé pour tracer des contours et plus rarement comme remplissage. b. Quant au décor violet dont la teinte varie fortement, il est utilisé uniquement pour les remplissages.

11.8. Le décor blanc

a/ *Composition élémentaire* : Le décor perçu visuellement **blanc** est en réalité légèrement **jaune-verdâtre** pâle (λ : 571 à 573 nm ; L^* : 67.16 à 74.22 et Pe : 8.02 à 8.56 %), à cause de la présence de **fer** (Fe_2O_3 : 3.49 ± 0.18 %) (certainement sous forme de Fe^{3+}). Il s'agit d'une glaçure **alcalino-plombifère** (Na_2O : 8.94 ± 0.80 % et K_2O : 2.72 ± 0.29 % et PbO : 8.34 ± 1.34 %), opacifiée par une forte teneur en **étain** (SnO_2 : 27.66 ± 1.89 % en moyenne). Ce décor blanc orne en traits fins (1 à 2 mm de large), les **glaçures transparentes** de couleur bleu sombre, sur lesquelles il crée un fort contraste visuel. Le décor blanc à proprement parler ne se trouve pas sur les glaçures opaques blanches, la glaçure support occupant cette fonction.

b/ *État de conservation* : Ces décors d'une grande finesse sont sensibles à l'altération de la glaçure sur laquelle ils sont posés, notamment lorsqu'elle se desquame.

11.9. Application et traitement thermique des décors

Contrairement à la glaçure support appliquée par trempage, les décors ont été appliqués au **pinceau** ou au **calame** ce qui explique leur épaisseur réduite. Cette technique bien que longue, permet de « **peindre** » les motifs souhaités sur la glaçure, de poser plusieurs couches et de rectifier si nécessaire. Ces mélanges glaçurants étaient ensuite « cuits » en **atmosphère oxydante**. Selon Abu'l Qasem al Kashani (Allan, 1973) il s'agirait d'un traitement thermique douce (600-700°C) et longue, ce qui semble improbable étant donné la nature vitreuse des décors. En effet, le ramollissement du verre et le développement de certaines couleurs ne peuvent se produire en dessous de **800°C minimum**. C'est le cas du bleu de cobalt (Grube, 1995). Il est possible de cuire les couleurs en plusieurs fois, néanmoins, le coût d'une telle opération (financier, humain, temps) est réhibitioire, si le céramiste peut fixer tous ces décors au cours d'un unique passage au feu.

Le traitement thermique de couches de verre superposées peut s'avérer **problématique** si la glaçure support a un **point de fusion** plus bas que celui des décors. Il est toute fois difficile d'évaluer ce point, chaque glaçure et décor comportant des fondants (et des stabilisants) en teneurs variables. Étant donné qu'il n'y a pas de diffusion sur les objets observés, on peut penser que les céramistes ont adaptés les compositions jusqu'à obtenir un bon équilibre entre les différents verres.

11.10. Diagramme chromatique L*a*b*, Spectres d'absorption optique, et analyses élémentaires en fluorescence de rayons X des décors

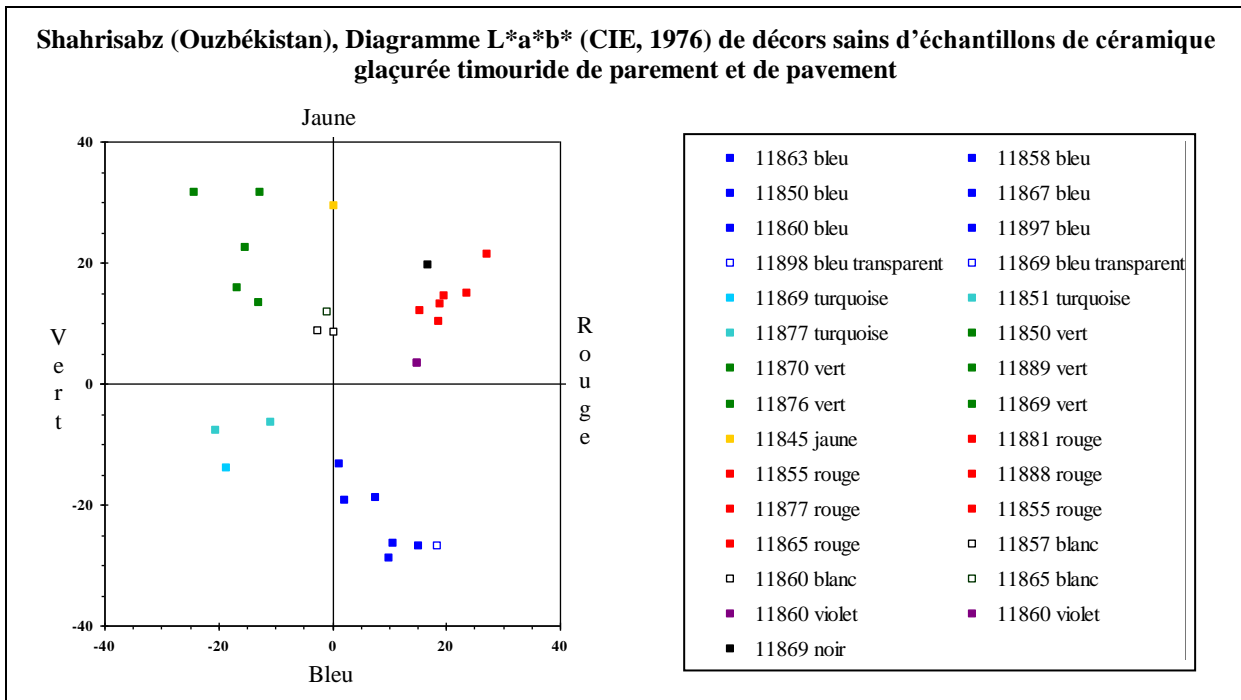


Figure n 186 : Les décors se distinguent nettement entre en fonction de leur teinte. Au sein d'une même couleur on observe différentes nuances, dues à des teneurs en chromogènes ou à une application différente d'un objet à l'autre. Ces mesures ont été effectuées sur des zones saines d'altérations.

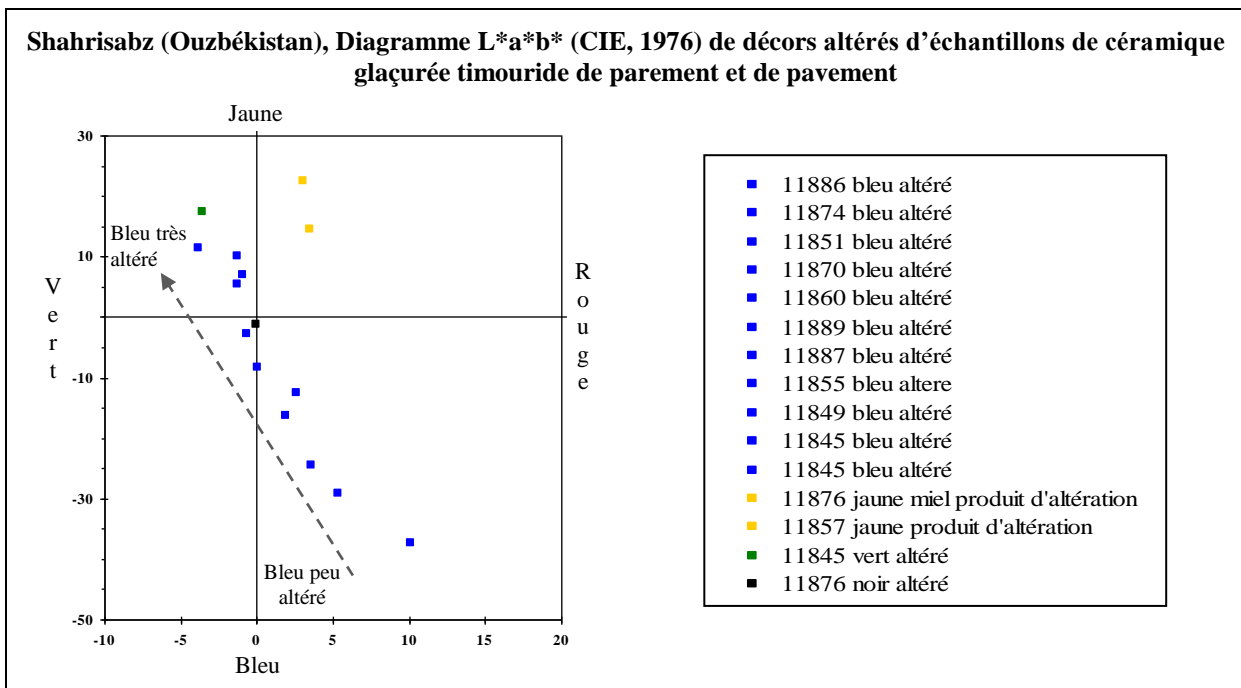


Figure n 187 : Les décors bleus sont les plus altérés. La teinte passe du quart bleu-rouge pour les décors peu altérés, à jaune-vert pour les plus altérés, une couche d'altération jaunâtre les recouvrant. Les autres décors sont moins sensibles à l'altération.

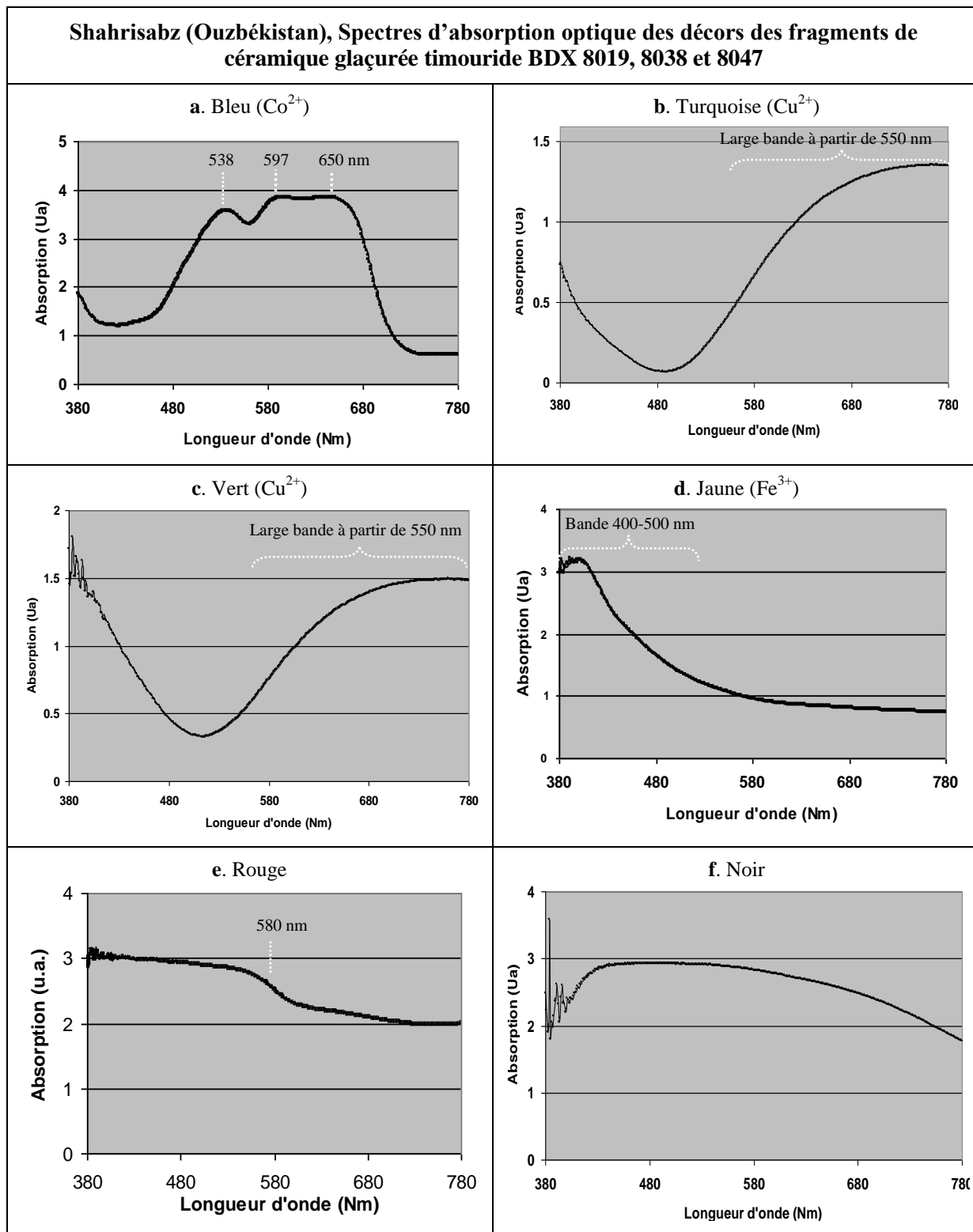


Figure n 188 : a. Le décor bleu présente des épaulements à 538, 597 et 650 nm caractéristiques de la présence du cobalt Co^{2+} .

b. Le turquoise présente une large bande à partir de 550 nm liée à la présence du cuivre Cu^{2+} .

c. Le vert est caractérisé, tout comme le turquoise par une large bande à partir de 550 nm liée à la présence du cuivre Cu^{2+} .

d. Le jaune a une large bande d'absorption entre 400 nm et 500 nm attribuable au Fe^{3+} (Lajarte, 1979).

e. Le décor rouge est caractérisé par une bande large jusqu'à 580 nm, qui n'a pu être corrélée à aucun élément, car la coloration est donnée par des cristaux et non des cations.

f. Le noir correspond à un effet conjugué de plusieurs éléments et n'est donc pas spécifique de l'un d'eux.

Shahrisabz (Ouzbékistan), Analyses élémentaires des décors de fragments de carreaux de céramique timouride							
	Bleu	Turquoise	Vert	Jaune	Rouge	Noir	Blanc
Na₂O	12.64± 1.34	11.14 ± 0.52	5.47 ± 1.28	12.69 ± 1.0	9.69 ± 0.45	8.36 ± 1.34	8.94 ± 0.80
MgO	1.76± 0.40	2.88 ± 0.6	1.54 ± 0.89	2.99 ± 0.11	2.43 ± 0.21	2.97 ± 0.11	2.76 ± 0.30
Al₂O₃	1.87± 0.37	1.33 ± 1.00	1.32 ± 0.27	1.98 ± 0.34	2.66 ± 0.26	1.50. ± 0.23	1.39 ± 2.53
SiO₂	59.81± 3.03	49.11 ± 3.59	45.49 ± 4.55	48.23± 2.33	52.34 ± 1.59	45.7 ± 2.79	40.96 ± 4.87
SO₃	nd	0.25 ± 0.02	nd	nd	nd	nd	nd
Cl	1.07± 0.37	0.50 ± 0.09	0.49 ± 0.12	0.27 ± 0.06	0.65 ± 0.16	nd	nd
K₂O	2.11± 0.63	1.74 ± 0.10	1.93 ± 0.56	2.90±0.14	2.97 ±0.14	2.90 ± 0.48	2.72 ± 0.29
CaO	3.96± 0.38	4.68 ± 0.53	3.21 ± 1.39	4.63 ± 0.39	5.53 ± 0.48	4.18 ± 0.09	3.47 ± 0.26
MnO	nd	nd	nd	nd	nd	2.71 ± 0.45	nd
Fe₂O₃	3.40± 1.64	0.72 ± 0.08	0.57 ± 0.10	3.28 ± 0.34	8.55 ± 0.49	20.87 ± 0.21	3.49 ± 0.18
CoO	0.38± 0.17	nd	nd	nd	nd	0.18 ± 0.03	nd
Cu₂O	nd	2.73 ± 0.16	1.21 ± 0.46	nd	nd	nd	nd
SnO₂	3.59± 1.04	8.56 ± 1.2	6.82 ± 1.25	7.74 ± 1.81	4.77 ± 1.49	2.37 ± 1.06	27.66 ± 1.89
PbO	9.41± 1.74	16.36 ± 0.92	31.94 ± 6.15	15.29 ± 1.29	10.41 ± 1.29	8.26 ± 1.74	8.34 ± 1.34

Non détectés : P₂O₅, SO₃, Cl, MnO, Sb₂O₃

Figure n 52 : Les composants des décors de ces carreaux sont des matériaux alcalino-plombifères opacifiés à l'étain et colorées (en gris le chromogène). Les teneurs et les ratios entre les différents fondants sont variables selon les supports (glaçure opaque ou transparente) et la teinte à réaliser.

En résumé,

Tous les constituants des décors des carreaux timourides de Shahrisabz sont finalement des verres. En quelque sorte des glaçures sur glaçures, alcalino-plombifères opacifiées à l'étain et colorées. Les teneurs et les rapports entre les différents fondants sont variables selon la couleur à produire. Les chromogènes peuvent être considérés comme classiques : cobalt pour le bleu, cuivre pour le turquoise et le vert, fer pour le jaune et le rouge, mélange de fer, manganèse et cobalt pour le noir, et enfin cassitérite pour le blanc. Composition et pose, dépendent de leur fonction : remplissage, contours, calligraphie, etc.

Bien que les glaçures alcalino-plombifères et les chromogènes cités aient été couramment employés en Asie Centrale durant l'époque timouride, le côté exceptionnel de ces carreaux réside dans l'utilisation combinée des couleurs (jusqu'à 7) qui nécessitait un grand savoir-faire des artisans (matériaux et traitement thermique). A ces couleurs, pouvait se rajouter un décor à la feuille d'or, les décors notamment le rouge, faisant ressortir la couleur jaune de l'or.

12. Bilan de la base de données analytiques des fragments de carreaux timourides de Shahrissabz (170 fragments)

Nous tenons désormais ce que nous recherchions : les données de base nécessaires dont on aura besoin pour confectionner 600 m² de revêtement de céramique glaçurée destinés à re-créeer les pavements et bassins de l'Ak Saray, dans le cadre d'un programme de conservation.

Leurs principales caractéristiques peuvent être résumées comme suit :

- *Mortier* : mortier de gypse (plâtre), très sensible à l'humidité.
- *Support céramique* : terre cuite orangée ou fritte jaune pâle selon la technique décorative qui sera employée.
- *Glaçure* : glaçures alcalino-plombifères opaques ou transparentes blanches (étain), bleues (cobalt) ou turquoise (cuivre). Elles sont appliquées en couche épaisse lors d'une 2^{ème} cuisson, hormis pour les décors de lustre métallique.

-*Décors* : plusieurs techniques décoratives sont employées. La plus rare est celle du décor de lustre métallique. Plus fréquente la pose de feuilles d'or pour rehausser les décors sous-jacents. Enfin, la large majorité des décors sont monochromes (bleu, turquoise) ou polychromes (violet, bleu, turquoise, vert, jaune, orange, rouge, blanc, noir). A ces techniques se rajoutent les formes des carreaux et motifs, ce qui crée un très grand nombre de variantes.

Bien que considérés comme « classiques » pour la plupart, ces caractéristiques techniques, sont importantes pour pouvoir effectuer une conservation durable dans le temps et qui respecte l'éthique déterminée par les différents partenaires du programme Ouzbeks comme Européens.

Conservé en Ouzbékistan selon les chartes de l'Icomos, est un défi qu'il faudra relever, en travaillant mais aussi en enseignant le savoir-faire adéquat aux entreprises et artisans locaux. Cette transmission de savoir permettra, nous l'espérons, de pouvoir transmettre aux générations futures ces témoins documentaires de l'humanité, témoins d'une culture pluriethnique très riche et unique.

III. Shacultim : un prototype de musée virtuel de la culture Timouride www.culture-timouride.com

Depuis septembre 1991, 5 républiques d'Asie Centrale, issues de l'ex-union soviétique, sont devenues indépendantes. Avec plusieurs pays voisins (Afghanistan, Iran, Pakistan,...) cette région du monde n'est pas que l'espace d'un perpétuel « Grand Jeu » international, elle est aussi le berceau de brillantes cultures qui ont largement contribué à façonner nos sociétés actuelles. La tension internationale ne diminue pas, à tel point que des travaux de recherche initiés par l'équipe de Université de Bordeaux 3 – CNRS et l'association « Sciences et Patrimoine FER-PACT », en Afghanistan (2003-2004) et en Iran (2001-2007) ont dû être interrompus... Par chance, une action initiée en 1998 en Ouzbékistan, a pu se développer (Schvoerer, 2001 ; Schvoerer et al, 2004 ; Schvoerer et Ollagnier, sous presse).

Elle a abouti à un projet conjoint avec le groupe ouzbek homologue de notre association pour tenter de sauver une partie du palais de Shahrisabz, menacée de destruction par les conséquences du changement climatique en cours. Le prototype de musée virtuel intitulé « Shacultim » donne un aperçu de la culture timouride à partir de collections de plusieurs musées ouzbeks, sous forme concise, en privilégiant quelques éléments essentiels de la culture timouride. Cet article est consacré à ce musée virtuel. Il donne, à la fin, quelques indications sur le projet de conservation proprement dit.

1. Problématique

Comment offrir à des visiteurs potentiels du monde entier, une idée de la culture Timouride ? Un support informatique, diffusé sur internet est-il une solution ?

2. Une réponse : un « musée virtuel », Shacultim

Nombreuses sont les personnes qui, par **manque de ressources** financières ou d'**autonomie** (âge, handicap, scolarité, etc.) ne peuvent se **déplacer** dans les musées, en particulier s'ils sont très lointains.

Grâce aux progrès de la « **communication** » par internet, ces groupes vont avoir accès plus fréquemment à des **musées « virtuels »**, qu'il s'agisse de collections de musées « **réels** » ou d'ensembles **sans existence physique** qui regroupent des objets provenant de plusieurs musées/collections. L'intérêt d'un musée virtuel variera en fonction de sa **finalité** (pédagogique, didactique, scientifique, etc.), de la **thématique** qu'il présente et du public auquel il est destiné (Anderson, 1999).

Le numérique est un moyen efficace de **diffusion des connaissances** et parfois de **préservation de contenus** disparus (vol, destruction, etc.) ou trop fragiles pour être manipulés et/ou exposés (altération, objets en cours de restauration, etc.). Il faut pourtant ne pas oublier qu'il s'agit seulement d'une **représentation de l'œuvre et pas de l'œuvre elle-même** (Rodes et al, 2003).

3. Réalisation du prototype de musée virtuel « Shacultim »

3.1. L'idée

Nous devons au **Dr. Laurent Levi-Strauss**, chef de la Section **Musées et Objets culturels** de l'**Unesco** jusqu'en mars 2009, la proposition de tirer parti des travaux de l'équipe de l'Université de Bordeaux depuis 1998, avec un groupe ouzbek homologue ainsi que des moyens informatiques actuels, afin de réaliser un **prototype** de « **Musée virtuel** ». Le travail a porté sur les collections **timourides** du **musée Amir Temur de Shahrisabz** (Ouzbékistan), récemment ouvert (1996) et encore peu connu. Le nom donné au site est « ShaCulTim », un acronyme faisant référence aux mots-clés suivants : **Shahrisabz – Culture - Timouride**.

3.2. Le contenu

Il est constitué des résultats de travaux réalisés par l'Association FER-PACT, le laboratoire du CRP2A (Université de Bordeaux 3 et du CNRS-UMR 5060) ainsi que de leurs partenaires en **Ouzbékistan**.

3.3. Un « fil rouge » : la céramique glaçurée de l'architecture.

La démarche a consisté à présenter quelques **créations** matérielles **caractéristiques** de la Culture timouride, notamment des **céramiques glaçurées** ainsi que quelques **édifices** qu'elles protègent et décorent, en particulier à Shahrisabz (Ouzbékistan). Le site s'efforce d'en donner une description pertinente par rapport aux connaissances du actuelles.

3.4. Un édifice de la Liste du patrimoine Mondial de l'Unesco.

En toile de fond de ce prototype, il y a ce qui subsiste de **l'Ak Saray** (fig 189), le « Palais blanc » bâti à **Shahrisabz** (Ouzbékistan) entre 1380 et 1404 ap. J.C. Il a été édifié pour l'empereur **Timour** (1336-1405 ap J.C.) dans sa ville natale. Une partie des murs des **pylônes** d'entrée et des **bassins** récemment mis au jour, est protégée et décorée à l'aide de panneaux de **carreaux de céramique glaçurée**.

Les bassins forment un ensemble **unique** d'environ 600 m², car c'est le seul exemple de cette époque trouvé en place, connu à l'heure actuelle. L'Ak Saray ainsi que le musée Amir Temur dont les collections timourides proviennent en grande partie du palais, se trouvent dans le centre historique de Shahrisabz, inscrit sur la **Liste du Patrimoine Mondial** de l'**Unesco** depuis 2000.

3.5. Sur les Routes de la Soie

Parler de Shahrisabz amène à évoquer l'histoire et l'architecture de quelques villes-étapes prestigieuses des **Routes de la Soie** en Asie Centrale. Une grande partie de ces cités appartenaient alors à l'empire timouride. Elles constituent un passage obligé entre l'Europe et l'Extrême-Orient. Les « matériaux » de Shacultim proviennent de ces cités :

- En *Ouzbékistan* : **Samarcande** (située à 70 km de Shahrisabz), **Karchi** (capitale du Kashkadarya, province dont dépend Shahrisabz) l'oasis de **Boukhara** et **Khiva** (capitale de l'ancien Khorezm).

- En *Afghanistan* : **Herât**, **Chech-e-Charif**, **Jâm**, Bamiyan, etc.

- En *Iran* : **Kashan**, **Ispahan**, etc.

Le palais de Timour à Shahrissabz :
L'Ak Saray ou "Palais Blanc" (XIV^{ème} s ap J.C.)

Photos des pylones - Photos des bassins -
Extraits des carnets de voyage de R.Gonzalez de Clavijo



Représentation des pylônes d'entrée de l'Ak Saray (face nord) en hiver. Peinture à l'huile d'Azizbek Akmedov, 2007.

Historique succinct

L'Ak Saray, le "Palais Blanc" (Ak : blanc ; Saray : palais) de Timour se situe au nord de la ville historique de Shahrissabz. Le palais a été bâti entre 1380 et 1404 ap. J.C. par des artisans venus de tout l'empire (Iran actuel, Ouzbékistan, etc.) dont le Khorezm que Timour venait tout juste de soumettre. Le bâtiment, achevé quelques mois avant la mort du conquérant, continua d'être utilisé durant les générations qui suivirent, comme le confirme les carnets de Babour de la fin du XV^{ème} - début XVI^{ème} s ap. J.C.

Le site sera progressivement abandonné à partir de la deuxième moitié du XV^{ème} s ap. J.C. à cause de l'arrivée au pouvoir des Shaybanides, une dynastie mongole qui écarta les derniers Timourides et fit de Boukhara sa capitale (Дресвянская, 1993). Un puissant séisme qui eu lieu en 1490 ap J.C. a peut-être altéré l'intégrité du bâtiment et accéléré son abandon. Durant l'époque soviétique, l'espace usité par le palais (estimé à 250 m de long sur un axe nord-sud) était occupé par des bâtiments administratifs, notamment les services de nettoyage de la ville qui se situaient à proximité des deux pylônes d'entrée et des bassins aux pavements glaçurés, seules parties conservées du palais. Après l'indépendance du pays en 1991, les trois quarts du site furent réaménagés en "Parc de la Victoire" dominé par une statue géante de Timour.

Figure n 189 : Fac-similé du « chapitre » web du musée virtuel Shacultim, consacré au palais de l'Ak Saray (<http://www.culture-timouride.com/l-ak-saray-le-palais-blanc/>). Ce « chapitre » présente le palais avec un historique, une description des pylônes d'entrée, un plan hypothétique, des extraits des carnets de Babour, dernier souverain timouride, etc. Il est illustré et complété par des photos des pylônes, des bassins et une brève description du palais, extraite des carnets de voyage de Ruy Gonzalez de Clavijo, Ambassadeur du Roi d'Espagne qui se rendit à la cour de Timour entre 1403 et 1406 ap J.C. (Capture du site internet Shacultim).

3.6. Partenariat en Ouzbékistan

- **Ministère de la Culture à Tachkent** : MM. Azamat Haydarov puis Ravshanbek Mansurov, Ministres délégués successifs. Ils ont favorisé l'accès des sites aux membres de nos équipes et aux experts. C'est sur proposition de M. Azamat Haydarov en mai 2007 à Tachkent, qu'un site de Shahrissabz a été choisi pour développer la coopération.

- **Unesco** : A Tachkent, lors de chaque mission de l'association sur le terrain, des informations sur ses objectifs ont été communiquées aux responsables successifs du Bureau de Tachkent (M. Michael Barry Lane en 2007 puis M^{me} Anna Paolini en 2008).

- **Musées publics** :

- A Shahrissabz : M. Nabi Xuchvaqtov, Dir. du Musée Amir Timur (fig. 190) ;
- A Karshi : M. Bohodir Mamadiev, Dir. des Musées de la ville ;
- A Samarcande : M. Numon U. Makhmudov, Dir. du Musée d'Histoire, Architecture et Art ; M. N.V. Akramov, Dir. du Musée de l'Observatoire d'Ulugh Begh ; M. Amrillo Abdullaev, Dir. du Gour Emir ;
- A Tachkent, MM les Dir. des Musées d'Art, d'Histoire des Timourides et Musée d'Histoire.

- **Ministère des Affaires Étrangères Françaises en Ouzbékistan** : MM. Hugues Pernet (2008) et son prédécesseur Jean-Bernard Harth (2007), Ambassadeurs de France, ainsi que M. Hugues Baltzinger, Conseiller de Coopération et d'Action Culturelle.

- **Institut Français d'Études sur l'Asie Centrale** (IFEAC) : M. Bayram Balci, Dir. de l'IFEAC de Tachkent et son équipe.

- **Le groupe PACT Asie Centrale** réunit des universitaires, chercheurs, conservateurs de musées, chefs d'entreprise, ...

- A Tachkent : Pr. Anatole Sagdullaev, MM. Babour Aminov, Nematjon Polvonov, Ouktam Mavlonov, Pr. Tursunbay Rashidov (Institut d'Ingénierie des Séismes, Académie des Sciences d'Ouzbékistan, Tachkent) et M. Khayrilla Sultanov (archéologue de l'Ak Saray).

- A Samarcande : Prs. Temur Shirinov, Recteur et Abdulamid Anarbaev.

- A Shahrissabz : MM. Nabi Xuchvaqtoev, Ravshan Kodirov (Inspecteur des sites) et Azizbek Akhmedov (élève architecte).

- A Karshi : M. Bahodir Mamadiev.

- A Bukhara : Ing Shukrat Ganiev.

3.7. Autres partenariats

- **En Russie** : Pr. Valentin I. Ulomov (Institut de Physique de la Terre, Académie Russe des Sciences de Moscou), en collaboration avec le Pr. Jean Bonnin, de l'Université de Strasbourg (France) ; Pr. Julia Chachapova (Université d'Etat de Moscou Lomonossov) ; Ing. Sergei Davidov.

- **En Afghanistan** : contributions ponctuelles, étant donné le contexte politique. A Herât, M. Mahzar Wahidi, Dir. en 2003 du service « Patrimoine architectural de la ville et de sa région » ainsi que de l'atelier de production de céramique glaçurée, implanté depuis le XV^{ème} s ap J.C. dans la Grande Mosquée.

- **En Iran** : Mme Zohreh Rouhfar, Dir. de la Section des Arts Islamiques du Musée de Téhéran et Mme Haydeh Lahley, Professeur d'Histoire de l'Art, Université de Téhéran.



Figure n 190 : **a.** La cour intérieure et une partie des bâtiments du Musée Amir Temur. Le musée est installé dans l'ancienne medersa Chubin (XIV-XVI^{ème} s ap J.C.) aménagée à cet effet : la mosquée est devenue salle d'exposition et les cellules des étudiants, ont été transformées en bureaux ou réserves (ph : C.Ollagnier, 2008) **b.** Une partie des membres des équipes PACT France et Asie Centrale autour du plan-maquette de Shahrissabz à l'époque timouride, au 1^{er} étage du musée (ph : M.Schvoerer, 2007).

3.8. Partenariat en France

- **Association (loi 1901) « Sciences et patrimoine FER-PACT »** : constituée en 1993, avec le double parrainage du Conseil de l'Europe et de l'Unesco. Son objet est le Patrimoine (naturel et culturel) sous toutes ses formes au sens de l'Unesco et sa vocation est de favoriser la connaissance, la préservation et la valorisation du Patrimoine. Président : Pr. Max Schvoerer. Secrétaires : Drs. Jean-Pierre Massué et Céline Ollagnier. Plusieurs experts impliqués : Dr Alain Billard, (Pr. École d'Architecture de Belleville (Paris) et d'Architecture et d'Urbanisme de Bordeaux), M. Nils Schvoerer-Ney, étudiant en architecture, M^{me} Marie-Thérèse Nuyts-Lavialle Ing., Présidente de l'URISA* et Dr. Firouz Bagherzadeh, ex-directeur du Musée National d'Histoire et d'Archéologie de Téhéran, résidant en France.

- **Conseil Général de la Dordogne** : M. Bernard Cazeau, Président, Mme Valérie Chamouton (Chef du service Affaires Européennes et Coopération décentralisée.) et M. Fabien Pierrot (membre du service) (2007-2010).

- **Conseil Régional d'Aquitaine** : MMs Alain Rousset, Président et Jean Guérard, Vice-Président dans le cadre d'une « Aide à des initiatives de Solidarité Internationale » (2006-2007).

- **Centre de Recherches en Physique Appliquée à l'Archéologie (CRP2A)**, « Institut de Recherches sur les ArchéoMatériaux (IRAMAT, UMR 5060), de l'Université de Bordeaux 3 et du CNRS : M^{me} Claude Ney et M. Pierre Selva, Ings., Dr Pierre Guibert, Dir.

- **Société Nouvelle SOCRA** : entreprise de restauration du patrimoine. MM. Patrick Palem, Dir., Richard Boyer et Benoist Postel-Vinay, Ings.

- **Société CESA** : entreprise de production de chaux et enduits pour la fabrication de mortiers et d'enduits. MM. A. Bastier et A. Stipal (PDG) et M. Pierre Bergoin, Ing.

- **Entreprises de production céramique Calado et Gardelle** : MM. Miguel Calado et Michel Gardelle, céramistes, respectivement en Dordogne (Bussière-Badil) et dans les Landes (Canenx et Reaut).

- **Université du temps libre de Gironde (Oareil*)** : M^{mes} Pierrette Guillot, Réjane Raymond, Jeanine Brun et M. Michel Vidal, Dr. Ing., ont actualisé des bases de données correspondant à différents modules de Shacultim.

3.9. Partenariat en Europe (hors France)

- **Commission Européenne (Bruxelles)**: Agence INTAS (International Association for the promotion of cooperation with scientists from the new independant States of the former Soviet Union). Dr Michel Gorliki, Scientific officer (2003-2004).

- **CNR Rome – Monterotondo (Italie)** : D^r Vincenzo Francaviglia et Architecte Luciano Cessari (qui ont travaillé sur les matériaux et l'architecture de Samarcande),

- **Musée de Caltagirone en Sicile (Italie)** : Dr Enza Cilia, Dir., qui a coopéré avec le musée de Shahrissabz.

- **Laboratoire de datation par le Radiocarbone de l'Université d'Helsinki (Finlande)** : D^r Hogne Jungner, Dir.

4. Réalisation technique, grâce au support informatique.

4.1. Le support informatique

Afin de créer le musée virtuel et l'utiliser pour communiquer, il fallait disposer d'un « instrument » que l'informatique actuelle fournit, sous forme d'un site « *web* » consultable à l'adresse suivante : **www.culture-timouride.com**. Nous avons opté pour l'hébergeur Jimdo de la société allemande Cleverbridge* qui propose un **système de gestion de contenu web*** permettant de créer soi-même un site internet sans posséder au préalable de connaissances particulières en programmation (HTML*, PHP*, etc.).

Le site est automatiquement mis en ligne et hébergé dès sa création. Aucun logiciel tel que Dreamweaver ou Wordpress, n'est nécessaire pour travailler, le serveur assurant cette fonction. L'interface utilisateur qui permet de créer les pages du site, utilise la technologie *What You See Is What You Get** (« ce que vous voyez et ce que vous obtenez ») qui simplifie le travail. La construction du site s'organise autour de l'adjonction ou du déplacement de « cases » (textes, images, fichiers, etc.), et du choix d'un modèle de présentation (fond, mise en page, etc.) proposé ou à réaliser. En 2009, **Jimdo** hébergeait plus de un million de sites internet, ce qui constitue un critère de confiance.

Deux configurations de sites existent, dites « version gratuite » et « version payante » (professionnelle). Le site Shacultim a d'abord été ouvert en version gratuite (limitée à 500 Mo de stockage), puis après quelque temps d'essais et d'adaptations, en **version professionnelle** (qui peut accueillir jusqu'à 5 Go de données). La version professionnelle payante, a l'avantage de ne pas comporter de publicité et de posséder une palette d'options plus étendue que la version gratuite (ex : modification du head*, favicon*, mise en page, etc.).

4.2. L'hébergeur

L'hébergeur Jimdo répond aux critères que nous avons déterminés avec l'Unesco (Section Musées et Objets) en élaborant le projet :

1. *Facilité et rapidité de création du site* : quelques minutes pour l'ouverture du site gratuit*, idem pour la migration vers la version professionnelle. La création nécessite une adresse e-mail pour la réception des documents administratifs et des courriels, issus des visiteurs du site et un règlement par carte de paiement lors du passage en version professionnelle payante.

2. *Simplicité d'emploi* : apprentissage en **auto-formation** en quelques heures pour toute personne pratiquant le traitement de texte et l'internet. Des *tutoriaux* proposés par l'hébergeur apportent une aide à la création. La programmation n'est pas nécessaire sauf en cas de personnalisation de la mise en page. Signalons que des mises en page originales sont disponibles gratuitement sur des sites internet. Il suffit de copier le code de la présentation choisie, dans l'espace du site Jimdo, prévu à cet effet.

3. *Plusieurs langues de travail sont possibles* : le choix est déterminé lors de la création du site. Jimdo offre le choix parmi 8 langues différentes (français, anglais, allemand, espagnol, italien, russe, chinois et japonais). Tout *webmaster* souhaitant avoir un site multilingue peut, soit utiliser des outils de traduction automatique (proposés sur internet mais de qualité médiocre), soit créer une copie de chaque page qui doit être traduite par le *webmaster* dans la langue souhaitée. Le site de l'hébergeur (<http://fr.jimdo.com/>) offre des

conseils et informations (forums, tutoriaux) qui peuvent être consultés dans une des 8 langues au choix (possibilité de passer de l'une à l'autre).

4. *Faible coût d'implantation et de renouvellement du serveur* : en 2009, 60 €/an, renouvelable chaque année pour le maintien du site sur le serveur.

5. Structure, Arborescence et Conception graphique de « Shacultim ».

5.1. Structure de « Shacultim »

Le musée virtuel est composé de plusieurs **modules** qui apparaissent dans l'arborescence du site. Chaque module représente un **centre d'intérêt** évoqué en introduction (l'Ak Saray, Shahrisabz, le Programme Route de la Soie de l'Unesco, etc.).

Étant donné la complexité des sujets, chacun a été découpé tel un livre, en « chapitres », « pages » et « paragraphes ». Il s'agit donc d'une structure à **3 niveaux**, qui tout en étant riche, reste assez simple à gérer (webmaster du site) et à comprendre (visiteur).

On peut prendre pour exemple le « fil rouge » du musée virtuel qui est aussi le module/« chapitre » le plus complexe : la céramique glaçurée timouride. En effet, celui-ci se décompose en plusieurs « pages » (usage, carreaux sans or, avec or, décors de lustre métallique) comportant elles-mêmes un « paragraphe » par catégorie de carreaux (carreaux à décor monochrome bleu, carreaux à décor polychromes bleu et blanc, etc.).

5.2. Arborescence

Les modules forment l'arborescence (ou structure du site) visible sur la colonne de gauche du site. Elle a été limitée pour ne pas perturber la lecture du site, les chapitres ne dévoilant leur contenu que lorsque le visiteur se rend sur la page concernée (ex : la céramique glaçurée).

Shacultim s'organise comme suit :

- « **Chapitre** » avec **présentation** des *logos* des principaux groupes partenaires, l'intitulé du site et une image d'appel. La colonne de gauche est occupée par le premier niveau de l'arborescence (les « chapitres »). Celle de droite comprend un outil de recherche (*Website search engine*) qui permet d'effectuer une prospection dans Shacultim, à l'aide d'un ou plusieurs mots-clés proposés par le visiteur (ex : Timour, lustre, observatoire, etc.).
- « **Chapitre** » de description détaillée du projet « **Shacultim** ».
- « **Chapitre** » donnant la liste des **partenaires en Ouzbékistan** : cliquer sur l'intitulé d'un partenaire ou sur son *logo*, amène à la page correspondante.
- « **Chapitre** » donnant la liste des **partenaires en France** : cliquer sur l'intitulé d'un partenaire ou sur son *logo*, amène à la page correspondante.
- « **Chapitre** » évoquant le programme de l'Unesco, **Routes de la Soie** « dialogue interculturel » réalisé par l'Unesco (1988-1997).
- « **Chapitre** » de **repères historiques relatifs à l'Ouzbékistan**, comprenant un aperçu de l'histoire du pays, accompagné de quelques illustrations.

- « **Chapitre** » sur l'**Asie Centrale** présentant l'entité géopolitique actuelle.
- « **Chapitre** » sur la **céramique glaçurée** :
 - « Page » de définition de la céramique glaçurée de l'architecture.
 - « Page » sur l'usage de ce type de céramique glaçurée en Asie Centrale.
 - « Page » des carreaux de céramique glaçurée timouride du Musée Amir Temur de Shahrissabz à décor sans or:
 - « Paragraphe » sur le décor monochrome bleu (2 types sont présentés)
 - « Paragraphe » sur le décor polychrome bleu (clair ou foncé) et blanc (4 types)
 - « Paragraphe » sur le décor polychrome (2 types)
 - « Page » des carreaux de céramique glaçurée timouride du Musée Amir Temur de Shahrissabz à décor avec or (fig 191a) :
 - « Paragraphe » sur les décors polychromes sur fond bleu et or (1 type)
 - « Paragraphe » sur les décors polychromes dorés (2 types)
 - « Paragraphe » sur les décors polychromes sur fond blanc et or (1 type) (fig 191b et c)
 - « Page » des carreaux glaçurés à décor de lustre métallique du Musée Amir Temur de Shahrissabz
- « **Chapitre** » sur la ville ancienne de **Shahrissabz** inscrite sur la liste du Patrimoine Mondial de l'Unesco en 2000.
- « **Chapitre** » sur **L'Ak Saray, le "Palais Blanc"** :
 - « Page » sur le palais de Timour à Shahrissabz : l'Ak Saray ou "Palais Blanc" (1380-1404 ap J.C.)
 - « Page » sur les pylônes avec une sélection d'images représentatives.
 - « Page » sur les bassins avec une sélection d'images représentatives.
 - « Page » Extraits *in extenso* du carnet de voyage de Ruy Gonzalez de Clavijo, lors de sa visite de la ville de Kech (Shahrissabz) en 1404 ap J.C.
- « **Chapitre** » consacré à **Ulugh Beg**, un exemple de culture timouride immatérielle, lié au renom d'un souverain cultivé, ainsi qu'à l'année de l'Astronomie (2009).
 - « Page » sur la place d'Ulugh Beg dans la dynastie timouride
 - « Page » sur la Science en Asie centrale
 - « Page » sur Ulugh Beg et l'astronomie :
 - « Paragraphe » consacrée à l'astronomie
 - « Paragraphe » sur l'observatoire d'Ulugh Beg
 - « Paragraphe » sur son activité d'observation
 - « Paragraphe » sur l'ouvrage du Zij-i-Gurgani
 - « Page » sur le rayonnement d'Ulugh Beg
 - « Page » de bibliographie

5.3. Extension future de l'arborescence

D'autres « chapitres » sont actuellement en préparation :

- **Éléments d'architecture timouride** : religieuse, civile et militaire ; exemples à Shahrīsabz, Samarcande, Boukhara, etc.
- **Projet de conservation des pavements glaçurés des bassins de l'Ak Saray.**
- **Recherches en physique appliquée** sur la céramique glaçurée timouride : re-création, recherche de provenance, altération.
- **Un atelier de création céramique de l'époque timouride** : l'atelier de la Grande Mosquée de Hérat (Afghanistan).
- **Les céramiques glaçurées colorées ou décorées antérieures à la période timouride** : Afrasiab (ancienne Samarcande), Jâm et Hérat (Afghanistan).
- **Timour** : biographie du souverain, mais surtout mise en avant de la dualité entre le chef de guerre, le conquérant et le protecteur des arts (construction, poésie, etc.).
- **Les Timourides vus « depuis » le 21^{ème} siècle** : comment les ouzbeks contemporains perçoivent les Timourides et leur culture, ainsi que leur influence à l'heure actuelle.

Le site pourrait être largement enrichi dans l'avenir, avec par exemple, des modules consacrés à **Timour**, aux **Routes de la Soie** et aux **caravansérails**, à l'**environnement** (sismicité, gestion de l'eau, etc.) ou bien encore aux **Timourides vus « depuis » le XXI^{ème} s.**

Figure 191 : Dans le « chapitre » céramique glaçurée de Shacultim : exemple d'une « page » et d'un « paragraphe », consacré aux carreaux de céramique glaçurée timouride sur fond blanc et décorés avec de l'or, provenant du Musée Amir Temur de Shahrissabz.

« Page »

a. « Page » de Shacultim consacrée aux fragments de carreaux de céramique glaçurée timouride décorés avec de l'or conservés au Musée Amir Temur de Shahrissabz. Le « chapitre » céramique glaçurée, présente les trois catégories de carreaux décorés avec de l'or, recensées au musée. Ces catégories se décomposent en types qui seront décrits dans les « paragraphes » correspondants : carreaux à décor polychrome sur fond bleu de cobalt rehaussé de feuilles d'or, à décor polychrome rehaussé d'or et à décor polychrome sur fond blanchâtre, rehaussé de motifs dorés à la feuille.

« Paragraphe »

b. « Paragraphe » de Shacultim consacré aux fragments de carreaux glaçurés à décor polychrome sur fond blanchâtre, rehaussé de motifs dorés à la feuille et conservés au Musée Amir Temur de Shahrissabz. Ce « paragraphe » comprend des photographies des objets choisis, une description du type : support céramique, glaçure, décor, altération(s), provenance, ...

c. Photographie d'un objet du « paragraphe » précédent. avec échelle, numéro d'identification de l'objet (musée ou laboratoire), lieu de mise au jour, ainsi que le lieu de conservation.

Echantillon BDX 11881. Feuilles de l'Ak Saray de 1996. Conservé au Musée Amir Temur de Shahrissabz (photo : C. Collagnier, 2008)
Image 5 of 6

5.4. Charte graphique de « Shacultim »

La conception graphique de Shacultim a été réalisée en **lien** avec le **sujet** principal : la culture timouride de la ville ouzbèke de Shahrissabz. Le sujet est représenté à travers :

- *la mise en page* : réalisée sous forme de cases rectangulaires (en mode portrait ou paysage) qui rappellent la géométrie de la conception mathématique du décor architectural de l'époque timouride (modules carrés, rectangles, polygones réguliers, etc. associés les uns aux autres et/ou multipliés) (fig 192).

- *le bandeau (ou header)* : situé en haut de chaque page du site et qui comporte son intitulé. L'image qui le compose est une partie d'une **peinture** à huile qui représente la face nord des pylônes de l'Ak Saray avec ses panneaux de carreaux glaçurés (fig 192).

- *l'image de fond* : le **fond statique** présent dans tout le site, est réalisé à l'aide d'une photographie représentant deux carreaux glaçurés des bassins de l'Ak Saray à décor bleu (clair et foncé) et blanc. Répété en mode mosaïque, il donne l'impression d'un **tapis de carreaux** timourides (fig 192).

- *les couleurs des textes* : elles jouent aussi un rôle dans la conception graphique. Les titres principaux sont de couleur bleu turquoise et les liens bleu foncé. Le texte est réalisé en noir, pour contraster sur le fond blanc, dont la neutralité permet de **mettre en avant** les couleurs des objets représentés (fig 192).

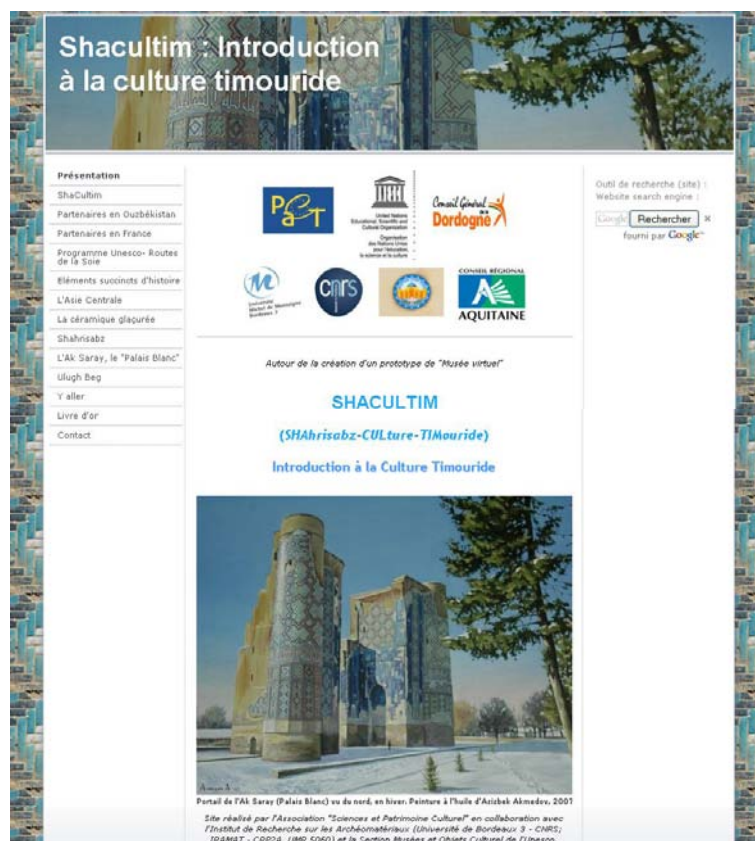


Figure n 192 : page « d'entrée » du musée virtuel Shacultim (www.culture-timouride.com). Les couleurs dominantes sont le blanc et le bleu (turquoise et foncé) en référence aux carreaux de céramique glaçurée qui ornent les pylônes de l'Ak Saray (représenté par les images du bandeau et la peinture) ainsi que les bassins du palais (carreaux glaçurés bleus et blancs servant d'arrière-plan au site).

6. Bilan de la réalisation d'un prototype de musée virtuel de la culture Timouride « Shacultim »

L'objectif « préalable » est atteint et le prototype du musée virtuel Shacultim a été réalisé en une année, parallèlement à un programme de recherche et à la fin d'un travail de doctorat (C.Ollagnier). A travers la réalisation de cette esquisse, nous avons pu nous rendre compte que le principal travail n'était pas l'informatique, mais bien la conceptualisation du sujet en fonction des impératifs définis.

Bien que réalisé seulement en français pour l'instant et sans aucune « publicité », il a été « visité » entre le 1^{er} octobre 2009 et le 1 décembre 2010, 3800 fois, par des visiteurs de 70 pays différents (fig 193). Il importe désormais de le faire vivre et de l'étoffer.



Gris clair : aucune visite ; Dégradé de vert : nombre de visiteurs

Figure n 193 : Illustration des zones géographiques de consultation de Shacultim. Le site a été très consulté dans les pays francophones ainsi qu'en Ouzbékistan. Les versions futures en anglais et progressivement russe et espagnol permettront aux visiteurs non francophones d'avoir une meilleure compréhension du site.

AK SARAY (OUBÉKISTAN) : CONSERVATION D'UN SITE DE LA LISTE DU PATRIMOINE MONDIAL

*Élaboration d'une base de données analytiques et création
d'un prototype de « musée » virtuel de la culture timouride*

Chapitre 6

I. Bilan

II. Bibliographie

III. Glossaire

Note : les termes suivis d'un astérisque (*) sont définis dans le glossaire.

I. Bilan - Le projet « Ak Saray » et sa mise en œuvre

Une collectivité territoriale (le Conseil Général de la Dordogne) et une section de l'Unesco (Musées et Objets Culturels) ont permis l'instruction et la préparation de ce projet, résumé ci-après.

1. Le projet

L'étroite collaboration entretenue depuis 1999 par le laboratoire de Bordeaux, l'Association FER-PACT et son équivalent ouzbek, nous a emmené à effectuer des missions d'expertise à Shahrissabz (Ouzbékistan). C'est au cours de l'une de ces missions que nous avons pris conscience du risque encouru par les **revêtements de céramique glaçurée** de la zone des bassins de l'*Ak Saray* (« palais blanc » ; 1380-1405 ap. J.C.), de l'empereur Timour à Shahrissabz, près de Samarcande. Le site, lieu de naissance de Timour est emblématique pour ce pays, indépendant depuis peu car il concentre une part de ses racines identitaires. Il a d'ailleurs été classé sur la Liste du Patrimoine Mondial en 2000.

L'enjeu de ce travail était d'apporter une contribution à la conservation de ce patrimoine matériel, « **source documentaires de l'humanité** ». Ce site est unique car il est dans un sens, le lieu de naissance deux grandes cultures : la **culture Timouride** (1370-1507 ap J.C.) et la **culture Moghole** (1526-1707 ap J.C.), née du dernier descendant de Timour ayant fui le pays.

Ce projet est né de la volonté de nombreux partenaires et du soutien de plusieurs organismes et collectivités territoriales : le Conseil Général de la Dordogne, l'Unesco, l'association PACT, l'Université de Bordeaux 3-CNRS (UMR 5060), le Conseil Régional d'Aquitaine, l'URISA et des représentants des Écoles d'Architecture de Bordeaux et de Paris-Belleville. Des entreprises performantes d'Aquitaine contribuent aussi au programme : CESA (Dordogne), SOCRA (Dordogne), Entreprises céramiques Calado (Dordogne) et Gardelle (Landes). Leur participation et leur mise en valeur est une « conséquence imprévue » du projet. Tout en conservant le patrimoine matériel ouzbek, on va à travers elles, contribuer à l'apprentissage et à la transmission d'un savoir-faire qui sera immédiatement utilisable par les artisans ouzbeks.

2. La mise en œuvre

Ce projet né de l'initiative d'une équipe franco-ouzbèke de chercheurs a été porté jusque là essentiellement par des collectivités territoriales (Conseil Général de la Dordogne, Conseil Régional d'Aquitaine) et répond pleinement aux récentes incitations du CNRS, de l'enseignement Supérieur et du Ministère de la Recherche, d'ouvrir la recherche de base vers les problèmes contemporains de la société : le changement climatique par exemple, est d'actualité. Quant à la préservation du patrimoine culturel, il faut le voir comme une contribution aux stratégies de l'Unesco et une mesure génératrice de richesses et d'emplois.

Un programme de conservation est une entreprise lourde et coûteuse qui doit être entreprise avec les accords et le soutien de tous les partenaires, notamment institutionnels. A notre échelle on peut tout de même le mettre en avant, à travers des supports numériques comme un « musée virtuel ». Ainsi est né en septembre 2009 « Shacultim », un prototype de musée virtuel réalisé par l'association PACT en collaboration avec l'Université de Bordeaux 3 et l'Unesco. Ce site présente la culture timouride à travers les collections du Musée Amir Temur de Shahrisabz. Il permet de faire connaître gratuitement à toute personne, les collections de ce jeune musée, la culture timouride, ainsi que le site de l'Ak Saray et les pavements. En constante évolution, il constitue une base de données accessible à tous.

La prochaine étape du travail est la finalisation du dossier d'instruction qui sera bientôt soumis pour accord aux autorités ouzbèkes et à l'Unesco, avant un possible début des interventions en 2011. L'urgence de protéger les revêtements glaçurés demeure et s'accroît après chaque changement de saison, dans une région du monde au climat très continental impacté par le changement climatique actuel.

II. Bibliographie

ALLAN, J.W., 1973, Abu'l Qasim's treatise on ceramics, *Iran*, 11, 111-120.

ANDERSON L.M., 1999, La coordination des musées en ligne in Les musées et l'internet (1), *Museum International*, 204, p 25-31.

BACHMANN H. G., 2006, *L'or : mythes et objets*, Citadelles et Mazenot, Paris, 278 p.

BACQUÉ-GRAMMONT J-L., 1980, *Le livre de Babur : mémoires de Zahiruddin Muhammad Babur de 1494 à 1529*, Publ. orientalistes de France, Paris, 477 p.

BAGERZADEH F., 2008, *Rapport sur la création d'un prototype de musée virtuel de la culture timouride et la sauvegarde du pavement glaçuré de l'Ak Saray*, 6 p.

BAMFORD C.R., 1977, Colour generation a control in glass, in *Science and Technology 2*, Elsevier scientific publishing company, Amsterdam, Oxford, New York, p88-164.

BARAS C., 2000, *Céramiques glaçurées de l'architecture Timouride. Étude physique et recherche d'indices technologiques d'échantillons provenant de Chahri-Siabz, Ouzbékistan, début XV^{ème} siècle*. Mémoire de D.E.S.S., Université Bordeaux 3, CRPAA.

BARRY LANE M., LEWCOCK R. et **BOCCARDI G.**, 1996, *Rebuilding the Silk Road, Cultural Tourism and Revival of Heritage in Uzbekistan*, p 40.

BARRY M., MICHAUD R., MICHAUD S., 1995, *Faïences d'azur*, Ed. Imprimerie nationale, Paris.

BECHTEL F. et **SCHVOERER M.**, 1984, « *La cathodoluminescence. Application à l'étude de la texture des pâtes céramiques* » in Datation-caractérisation des céramiques anciennes, cours postgradué européen I, Éditions du CNRS, Paris,.

BEN AMARA A., 2002, *Céramiques glaçurées de l'espace méditerranéen (IX^{ème} - XVII^{ème} siècles ap-J.-C.) Matériaux, Techniques et Altération*. Mémoire de Thèse, Thèse de Doctorat en Physique appliquée à l'archéologie, Université Michel de Montaigne Bordeaux 3, 318 p.

BEN AMARA A., GOURDON-PLATEL N., BECHTEL F., SCHVOERER M., et PHILIPPE BON P., 2005, Carreaux glaçurés provenant d'un château du Duc de Berry (Mehun-sur-Yèvre, fin XIV^e siècle): recherche d'indices techniques, *ArchéoSciences*, 29, p 21-34.

BEN AMARA A., SCHVOERER M., NEY C., CUIN M., HUONG P V ; BEN MAMIR M B., 2003, Le "rouge d'Iznik" (XV-XVIIe s) des décors de carreaux ottomans, *Rapport terminal du programme européen PACT Archi-Med Glaçures*, FP5-ICA 3 CT 1999 00002, Réseau Européen PACT-FER, p107-114

BERGOIN P., 2007, *Rapport d'expertise sur les mortiers employés pour la restauration d'édifices timourides d'Ouzbékistan*, 4 p.

BILLARD A. et SCHVOERER-NEY N., 2008, *Diagnostic du risque d'instabilité des pylônes du palais de l'Ak Saray et conséquences sur les bassins et le pavement glaçurés situés au pied de l'édifice*, 10 p.

BLAIR S., BLOOM J., 1996, *The Art and Architecture of Islam 1250-1800*, Yale University Press, 368 p.

BOBIN O., 2001, *Propriétés optiques de nanoparticules de cuivre et d'argent dans des matrices silicatées. Application aux Archéomatériaux : céramiques glaçurées à décor de lustre métallique du IX^e siècle – Grande Mosquée de Kairouan – Tunisie*, Thèse de Doctorat en Physique appliquée à l'archéologie, Université Michel de Montaigne Bordeaux 3, 341 p.

BOYER R., 2007, *Rapport d'expertise sur la conservation-restauration de sites timourides d'Ouzbékistan*, 6 p.

BRAU C., 1995, *Dictionary of glass, Materials and techniques*, University of Pennsylvania Press, Philadelphia, 240 p.

BRAXMEIR H., 2010, *Fonds de carte*, <http://www.maps-for-free.com/>

BRILL E.J., 1993, *Encyclopédie de l'Islam*, Nouvelle édition, Tomes I à X, éditions G.-P. Maisonneuve & Larose S.A., Paris

CALADO M., 2007, *Rapport d'expertise concernant la production de briques et de céramiques glaçurées pour la restauration du patrimoine culturel timouride*, 5 p.

CASSAN M., 2002, *La céramique islamique*, Musée National Adrien Dubouche, 21 p.

CHABANNE D., 2005, *Le décor de lustre métallique des céramiques glaçurées (IX^{ème} -XVII^{ème} siècles), matériaux, couleurs et techniques, Principales étapes de diffusion d'une invention mésopotamienne*, Mémoire de Thèse, Université Bordeaux 3, Physique appliquée à l'archéologie,

CRPAA, 238 p.

COLOMBAN P., 2003, *Analyse sans contact des céramiques anciennes par diffusion Raman*. L'Actualité Chimique, Février, 12-17.

COLOMBAN P., 2003, *Identification des porcelaines à pâte tendre du 18^{ème} siècle par spectroscopie Raman : Mennecy, Chantilly, Vincennes et Saint-Cloud*. Colloque du GMPCA, 16-19 avril, "Archéométrie" Résumé, p. 71.

D'ALBIS A., 2003, *Traité de la porcelaine de Sèvres*, Editions Faton, 392 p.

DARQUE-CERETTI E., HELARY D., AUCOUTURIER M., 2002, *An Investigation of Gold/Ceramic and Gold/Glass Interfaces*. Gold Bulletin, vol 35, n° 4, Ed. World Gold Council, p119-129

ДРЕСВЯНСКАЯ Г.Я., ЛУНИНА С.Б., СУЛТАНОВ Х.С., УСМАНОВА З.И., 1993, *Шахрисабз (Shahrisabz)*, Часть II, 128 p.

DUBERNET S., 1997, *Défauts ponctuels dans les silicates. Élaboration, coloration, altération de verres archéologiques. Caractérisation de défauts ponctuels dans un luminophore silicate*, Thèse de Doctorat en Physique appliquée à l'archéologie, Université Michel de Montaigne Bordeaux 3, 245 p.

EL MARRAKI A., 1998, *Défauts ponctuels et luminescence de cristaux de dévitrification : détection et étude dans des glaçures archéologiques*. Thèse de Doctorat en Physique appliquée à l'archéologie, Université Michel de Montaigne Bordeaux 3, 280 p.

ELOUARD D., 1999, *Le souffle brûlant des conquêtes*, Ulysse, mars/avril 1999, T1737, 56-59.

ETTINGHAUSN R., GRABAR O., JENKINS-MADINA M., 2002, *Islamic Art and architecture 650-1250*, Yale University Press, 2nd ed., 352 p.

FOUCAULT A., RAOULT J-F., 1997, *Dictionnaire de géologie*, Éditions Masson, Paris.

FRANCAVIGLIA V., FRANCAVILIA DE GREGORI E., 1999, *Comment restaurer les monuments timourides de Samarcande ?* Acte du 4^{ème} Congrès Européen sur la céramique ancienne, 12-15 novembre 1997, Andorre, 154-158.

GARDELLE M., 2007, *Rapport d'expertise concernant la production de briques et de céramiques glaçurées pour la restauration du patrimoine culturel timouride*, 4 p.

GOLOMBEK L., WILBER D., 1988, *The timurid architecture of Iran and Turan*, Vol I, Princeton University Press, 510 p.

GRATUZE B., SOULIER I., BARRANDON J-N., FOY D., 1992, *De l'origine du cobalt dans les*

verres, *Revue d'archéométrie*, 16, 97-108.

GRENET F., 2009, Site internet personnel de l'archéologue français membre de la MAFOUZ (Mission archéologique franco-ouzbèke de Sogdiane) travaillant sur le site en collaboration avec des chercheurs ouzbeks de l'Institut d'Archéologie de Samarcande : <http://frantz.grenet.free.fr/index.php?choix=afasiab>

GRUBE E.J., 1994, Cobalt and lustre : the first centuries of Islamic pottery, *The Nasser D.Khalili Collection of Islamic Art*, vol IX, Aimuth ed, Oxford, 295-304.

KAWAKAMI M., KARATO T., TAKENAKA T., YOKOYAMA S., 2005, Structure Analysis of Coke, Wood Charcoal and Bamboo Charcoal by Raman Spectroscopy and Their Reaction Rate with CO₂, in *Iron and Steel Institute of Japan International*, 45, 7, 1027-1034.

KEHREN L., 1991, La Samarkand de Tamerlan : palais et jardins, in *Études Orientales*, XI-XII, p 162-178.

KEHREN L., 2006, *La route de Samarkand au temps de Tamerlan*, Imprimerie Nationale, Paris, 345 p.

KERVAN M., 1999, *Les arts de l'Asie Centrale*, Citadelles et Mazenod, Paris, 334-347 ; 359-363.

KERVAN M., 2004, Le minaret de Jam in *Paris-Kaboul, Expédition scientifique et culturelle sur les routes de la soie*, Hoëbeke, Paris, 70-83.

KODIROV R., 2007, *Communication privée*

KOWALISKI P., 1978, *Vision et Mesure de la Couleur*, Ed. Masson, Paris.

KUSHVAQTOV N., 2007, *Communication privée*

KUSHVAQTOV N., 2008, *Communication privée*

LAJARTE DE S., 1979, *Les verres colorés*, L'actualité chimique, octobre, 30-36

LE BON G., 1974, *La civilisation arabe*, Minerva, Genève, 705 p.

MARÇAIS G., 1928, *Les faïences à reflets métalliques de la grande mosquée de Kairouan*, Geuthner, Paris, 41 p.

MARICQ A., WIET G., 1959, *Le Minaret de Djam : la découverte de la capitale des sultans Ghorides (XII^{ème}-XIII^{ème} siècles)*, Supplément de Mémoires de la Délégation Archéologique Française en Afghanistan, Tome XVI, Klincksieck, Paris, 92 p

MASON R.B., 2004, *Shine like the sun: lustre-Painted and Associated Pottery from the Medieval Middle east*, Mazda Pub, Toronto, 230 p.

MICHELL G., 1995, *Architecture of the Islamic World*, Thames and Hudson, London

NEY C., SCHVOERER M., MASSUE J-P., BAGHERZADEH F., ROUH FAR Z., MANHART C., 2003, *Rapport terminal du programme européen PACT Archi-Med Glaçures*, FP5-ICA 3 CT 1999 00002, Réseau Européen PACT-FER, p179-189

NUYTS-LAVIALLE M-T., 2007, *Rapport d'expertise sur l'état des entreprises de restauration*, 6 p.

O'KANE B., 1987, *Timurid architecture in Khurasan*, Mazda Publishers and Undena Publications, USA, 648 p.

OLLAGNIER C. et SCHVOERER M., 2010, Les vestiges du Palais Blanc, in *Altermondes Hors Série*, Aquitaine les Reflets du Monde, 10, p 31.

OLLAGNIER C., 2010, Re-création de décors de lustre métallique sur céramique glaçurée du monde méditerranéen (Kairouan - IX^{ème} s ap J.C.), thèse de Doctorat de l'Université de Bordeaux, France.

OLLAGNIER C., SCHVOERER M., LEVI-STRAUSS L., KUSHVAQTOV N., AMINOV B., Sous presse, Changement climatique et Patrimoine Culturel. Pour la conservation du palais de Timour à Shahrizabz, Ouzbékistan, un musée virtuel de la Culture Timouride : « Shacultim », in *CeRoArt*, Numéro 5, Printemps 2010.

OLLAGNIER C., SCHVOERER M., NEY C., RAMMAH M., Sous presse, *Recreation of metallic lustre decorations on glazed ceramics: A rediscovered and explained medieval nanotechnology*, Actes de International Seminar on Conservation of Glazed Ceramic Tiles – research and practice, Lisbon. April 15-16 2009.

PACHECO C., 2007, *Étude de films d'or sur matière vitreuse, Application à la céramique glaçurée islamique médiévale, Asie Centrale, XIV^e-XV^eS – Iran XII^e-XIII^e S*, Thèse de Doctorat en Physique appliquée à l'archéologie, Université Michel de Montaigne Bordeaux 3, 259 p.

PALEM P., 2008, *Rapport sur la conservation des pavements et bassins de l'Ak Saray*, 7 p.

PASQUIER J., 2005: *Histoire du verre, le Moyen-Age*, Massin, Paris.

PORTER Y., 1997, La céramique médiévale en Méditerranée actes du 6^{ème} congrès Aix-en-Provence 1997, *Origines et diffusion du cobalt utilisé en céramique à l'époque médiévale étude préliminaire*, p. 505 à 512.

POSTEL-VINAY B., 2007, *Rapport sur l'état sanitaire et la conservation des pavements et bassins de l'Ak Saray*, 20 p.

POTTER G., 2007, *Square Kufic*, Site internet sur la calligraphie kufique carrées dans l'architecture (anglais) : <http://www.kufic.info/default.htm>.

POUGACHENKOVA G.A., 1981, *Chefs d'œuvres d'architecture de l'Asie centrale, XIV-XV^{ème} siècle*, Ed. Unesco, Paris.

RAFFAILLAC DESFOSSE, C., 1994, *Céramiques glaçurées médiévales. Recherches de données physiques sur les techniques de fabrication et sur l'altération*, Thèse de doctorat, Université de Bordeaux III, 320 p.

RAFFAILLAC DESFOSSE., BECHTEL F., SCHVOERER M., BEN AMARA A., MOUA'ZEN M., AL SAKHEL H, 2002, A la recherche d'un modèle d'altération à partir de céramiques glaçurées syriennes (IX^e-XIII^e s. ap J.C.), *Rapport terminal du programme européen PACT Euro-Med Glaçures*, FP4-IC 18 CT 98-0386, Réseau Européen PACT-FER, p101-104

RASHIDOV T, 2008, *Communication privée*

RODES J-M., PIEJUT G., PLAS E., 2003, La mémoire de la société de l'information, *Publications de l'Unesco pour le Sommet mondial sur la société de l'information*, Éditions de l'Organisation des Nations Unies pour l'éducation, la science et la culture, 98 p.

ROSEN J., DE LUCAS MARIA DEL CARMEN M., MONCADA F., MORIN A et BEN AMARA A., 2006, Le rouge est mis: analyse des rouges dans la faïence de « grand feu » du XVIII^e et du XIX^e siècle (avec le rouge de Thiviers), *ArchéoSciences*, 30, p 95-107.

SARRION E., 2006, *Introduction à HTML et CSS*, O'Reilly Editions, 231 p.

SCHVOERER M, OLLAGNIER C., Sous presse, *Conservation of architectural glazed ceramics, State of art and research nowadays*, Actes de International Seminar on Conservation of Glazed Ceramic Tiles – research and practice, Lisbon. April 15-16 2009.

SCHVOERER M., 2001, Le bleu de l'Asie Centrale, *Archeologia*, avril 2001, 8-9.

SCHVOERER M., BEN AMARA A., NEY C., 2003, Le "rouge d'Iznik" (XV-XVII^e s) des décors de carreaux ottomans, *Rapport terminal du programme européen PACT Archi-Med Glaçures*, FP5-ICA 3 CT 1999 00002, Réseau Européen PACT-FER, p95-101

SCHVOERER M., DESGOUILLES S., OLLAGNIER C., Sous presse, Étude des mortiers, in *Contribution à la conservation du Minaret de Jâm* (1174-1175 ap J.C., Afghanistan)

SCHVOERER M., EL MARRAKI A., OLLAGNIER C., Sous presse a, *Dissolution d'une argile par un verre et conséquences sur la texture de céramiques glaçurées*, Troisième Symposium Maghrébin sur les Argiles, Boumerdès, 23-25 novembre 2009

SCHVOERER M., NEY C., NUYTS-LAVIALLE M.T. 2004, *Archeomaterials, Glazed ceramics of Timurid architecture under ecological disaster. Contribution to the preservation and enhancement of the cultural heritage of Central Asia*. Bordeaux, Infrastructure Action INTAS-IA-2000-03 (European Commission), Final Report, September 2004, 45 p.

SCHVOERER M., OLLAGNIER C., MARLIER V., Sous presse, Étude de fragments de brique glaçurés bleues, recueillies à proximité du minaret, in *Contribution à la conservation du Minaret de Jâm* (1174-1175 ap J.C., Afghanistan)

SCHVOERER M., OLLAGNIER C., NEY C., BEN AMARA A., NECHAR BOUACHI K., AISSAOUI Z., FILAH M., DEBIECHE M., COURANJOU J., Sous presse, *Contribution à la conservation d'un site du Patrimoine mondial de l'Unesco, la Casbah d'Alger : recherche afin de recréer des céramiques glaçurées de la Citadelle (fin 17^e/18^e s. ap J.C.)*, Colloque des 25 ans de coopération scientifique interuniversitaire algéro-française », CMEP - Programme « Tassili » - Alger, 16/17-XII-2008.

SECTION MUSÉES ET OBJETS CULTURELS DU SITE DE L'UNESCO, 2007, page internet de la section sur le site de l'Unesco (en français) http://portal.unesco.org/culture/fr/ev.php-URL_ID=34324&URL_DO=DO_TOPIC&URL_SECTION=201.html.

SOURDEL-THOMINE J., 2004, *Le minaret ghouride de Jâm. Un chef-d'œuvre du XII^{ème} siècle*, Mémoires de l'Académie des Inscriptions et Belles-Lettres, Diffusion De Boccard, Paris, 173 p.

STEVENS KALCEFF A., PHILLIPS R., 1995, Cathodoluminescence microcharacterization of the defect structure of quartz, *Phys. Rev. B*, 52, p 3122 – 3134

STIERLIN H., 2002, *L'art de l'islam en Orient, d'Ispahan au Taj Mahal*, Editions Gründ, 320 p.

SULTANOV K., 2007, *Communication privée*

TITE M.S., 1989, *Iznik pottery: an investigation of the methods of production*, *Archaeometry*, 31/2, 115-132.

ULOMOV V., 2008, *Communication privée*

UMURZAKOV R.K., KUIDABERGENOV A.A., 2008, *Communication privée*.

UNESCO (site internet), 2009, *Centre Historique de Shakhrisabz, Word Heritage Center* (en français) : <http://whc.unesco.org/fr/list/885>

UNESCO, 2000, *WHC Nomination Documentation, Historic Centre of Shakhrisabz*, n 885, .241 p.

III. Glossaire

Afrasiab (voir Samarcande) : ancien nom de Samarcande dont on retrouve la trace de 500 av. J.C., jusqu'à l'invasion mongole de 1220 ap J.C. Les ruines de la cité représentent aujourd'hui 219 hectares situées au Nord-Est de la Samarcande contemporaine (Grenet, 2009).

Atmosphère neutre : atmosphère comportant 50 % de gaz oxydants (oxygène) et 50 % de gaz réducteurs (CO notamment). Ce type d'atmosphère quand elle existe, ne dure que peu de temps (de l'ordre d'une dizaine de minutes au mieux), car elle demande une très grande maîtrise du four.

Beg : terme turc équivalent de Bey, signifiant « seigneur ». Le terme était employé pour désigner un sultan ou les fonctionnaires à qui le souverain avait accordé ce titre honorifique (Brill, 1993).

Brunissoir : pierre dure emmanchée permettant de réaliser un polissage, dit brunissage. Le brunissage sert à lisser la surface, en augmentant la réflectance et la dureté du métal.

Carat : mesure de pureté des métaux précieux. Un carat représente $1/24^e$ de la masse totale d'un alliage. L'or 24 carats est pur à plus de 99.9 %.

Carton : dessin à l'échelle 1 où figurent les informations concernant la réalisation de l'objet (motifs, couleurs, etc.).

Caryatide : statue de femme remplaçant une colonne ou un pilier. Son pendant masculin est nommé Atlante.

Célestine : sulfate naturel de strontium de formule $SrSO_4$. On la trouve en nodules ou en cristaux dans les roches sédimentaires de type gypse ou dolomite. Elle peut contenir des traces de baryum ou/et de calcium, le strontium, se substituant facilement à ces éléments (Foucault et Raoult, 1997).

Cémentation : on dépose dans un creuset en cendres d'os, de l'or avec un matériau absorbant (cément) et du chlorure de sodium. Lors de la chauffe l'or va réagir avec le sel pour former des chlorures, qui seront absorbés par le ciment et le creuset ne laissant plus que l'or (Bachmann, 2006).

CESA : Entreprise de Chaux et Enduites de Saint-Astier, installée en Dordogne (France). Elle produit une chaux de grande qualité, employée dans la restauration du patrimoine culturel depuis de nombreuses années (<http://www.c-e-s-a.fr/>)

Charge : substance solide dispersée dans une matrice liquide (le liant). La charge sert à améliorer ou modifier les propriétés du liant.

Chaux : produit de calcination du calcaire, qui sert dans l'architecture et la décoration. Le calcaire ($CaCO_3$) est calciné autour de $900^{\circ}C$ pour obtenir de la chaux « vive » (CaO). Pour être employée elle doit être « éteinte » par ajout d'eau (H_2O), donnant de l'hydroxyde de calcium $Ca(OH)_2$. La prise qui suit se fait par carbonatation, (absorption du CO_2 environnant), jusqu'à formation d'une couche de calcaire ($CaCO_3$) (Foucault et Raoult, 1997).

Clevebridge : Société Clevebridge AG - Aachener Str. 209 - 50931 Cologne - Allemagne. E-mail du serveur Jimdo : www.jimdo.com.

Coupeflation : opération proche de la cémentation, à la différence qu'elle fonctionne pour le cuivre qui s'oxyde contrairement à l'argent et à l'or (Communication privée, 2003).

Dolomite : carbonate naturel de calcium et de magnésium ($Ca Mg (CO_3)_2$). Il est couramment employé en céramique, notamment pour la fabrication des glaçures, ou il apporte les deux éléments (Foucault et Raoult, 1997).

Ductibilité : quantité de déformation plastique que peut supporter un matériau. Dans le cas de l'or, sa capacité à se transformer en fil.

Échelle ouverte de Richter : échelle indiquant la magnitude (énergie libérée) d'un tremblement de terre. A Shahrissabz, les séismes se situent entre 5 et 6.5 sur l'échelle de Richter. Un séisme de 5 à 5.9 ou « moyen » peut causer des dommages aux édifices bien construits sur un périmètre restreint. Entre 6 et 6.5, il s'agit d'un séisme « fort » qui peut être destructeur sur $200 km^2$ environ.

Électrodialyse : procédé électrochimique qui permet d'extraire les ions contenus dans une solution.

Entoilage : action de poser une toile sur un objet et l'encoller pour maintenir la cohésion de l'ensemble.

Favicon : abréviation de favori-icône. Un favicon est une icône réalisée à partir d'une image. Elle apparaît à côté de l'adresse du site et permet de le repérer plus facilement, notamment lorsqu'il fait partie des favoris de l'utilisateur, d'où son nom. Il s'agit en quelque sorte d'un logo miniature du site.

Fenêtre pop-up : fenêtre (page internet de dimensions réduites) qui apparaît automatiquement après avoir sélectionné certaines images ou liens.

Gomme arabique : sève d'acacia qui se présente sous forme d'amas jaune à orange foncé, qui sont

dilués pour être utilisés comme fixatif ou liant dans divers domaines, dont les arts. Lors de la décomposition du monoxyde et du dioxyde de carbone sont produits (Okhra, 2003).

Gypse (voir plâtre) : sulfate hydraté de calcium ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) fréquent dans les couches sédimentaires. Il peut contenir des impuretés notamment le chlore et le sodium. Par chauffage il se déshydrate partiellement jusqu'à donner de l'anhydrite (CaSO_4) (Foucault et Raoult, 1997).

Head : signifie « tête » de site et désigne l'en-tête d'un site. Le « Head » comporte le nom du site et une image/motif de fond.

HTML : l'Hypertext Markup Language (HTML) est un format de données conçu pour les pages web (mise en forme du contenu des pages, ajout d'images, etc.) (Sarrion, 2006).

Ishkor : plante du désert dont les cendres sont traditionnellement utilisées en Ouzbékistan comme fondant pour fabriquer les glaçures.

Iwan : porche vouté par un arc qui est réalisé dans un mur rectangulaire. D'origine perse, cet élément architectural était très utilisé dans le monde timouride.

Karshi : ancienne ville de commerce, devenue capitale de la province du Kashkadarya, dont fait partie Shahrizabz (Brill, 1993).

Khanat : royaume (turc ou mongol) dirigé par un khan.

Kufique (ou koufique) : écriture arabe qui apparaît au IX^{ème} s ap J.C. Le "kufique géométrique" dit aussi « kufique carré », s'inscrit dans un carré. Il est utilisé fréquemment dans l'architecture, les motifs étant répétés voir imbriqués (Brill, 1993).

Liant : produit liquide qui agglomère des particules solides de fine granulométrie (la charge).

Lixiviation : action de lessiver des produits solides par un solvant qui en extrait les parties solubles. C'est le cas de la glaçure et du verre dont les alcalins (Na, K) sont lixiviés par l'eau.

Muqarna : système d'encorbellement en saillie servant à l'origine à passer du plan carré au cercle pour la construction des coupes. Il est très vite devenu purement décoratif, formant des « stalactites » sur les plafonds, linteaux, frises, chapiteaux, etc.

Mo'arraq : mosaïque de céramique glaçurée originaire de Perse. Elle est l'équivalent de la technique des **zelliges** dans le **Maghreb**.

Madrasa / Medersa : école coranique, composée d'une cour entourée de cellules (chambres) destinées à accueillir les étudiants. On trouve aussi une salle de prière (mosquée) et des salles de cours.

Moufle : boîte de terre cuite dans laquelle étaient cuits les décors fragiles ou les glaçures pour les protéger des cendres et des fumées.

Nettoyage du pinceau : lors des re-créations, il a été constaté que des particules métalliques restaient prises dans les poils malgré des nettoyages répétés au vinaigre. Ces particules ne peuvent être retirées qu'après un passage à la cuve à ultra-sons.

OAREIL : office aquitain de recherches, d'études, d'information et de liaison sur les problèmes des personnes âgées.

PHP : l'Hypertext Preprocessor (PHP) est un langage de scripts utilisé pour produire des pages Web dynamiques (Sarrion, 2006).

Picot : trous circulaires microscopiques qui se produisent lors de la cuisson de la glaçure. Seules une composition et une cuisson parfaitement maîtrisées permettent d'éviter ce type de défaut, souvent dû à l'éclatement d'une bulle de gaz.

Pishtak : portail en forme d'arc. On le retrouve dans l'architecture musulmane ainsi qu'en Inde. Il peut être ou non, flanqué de tours / minarets.

Plâtre : enduit réalisé à partir de gypse chauffé. Le gypse concassé est cuit dans un four entre 100 et 200°C. La poudre issue de cette cuisson est mêlée à de l'eau pour donner un mortier par réhydratation du gypse qui cristallise.

Polissage de l'argile : les défauts et rugosités des objets réalisés en argile crue étaient corrigés après séchage (argile dite cuir) avec un tissu pour ne pas l'abîmer.

Porcelaine dure : matériau céramique riche en kaolin qui vitrifie à 1400°C et lui donne un aspect blanc translucide. L'absence de kaolin et surtout l'incapacité d'atteindre cette température de fusion, ont empêché les européens d'en produire avant le 18^{ème} s ap J.C.

Porcelaine tendre : imitation de la porcelaine dure chinoise créée par des céramistes européens. Le « support céramique » se compose d'un mélange d'argile, de fritte de verre et de fondants qui sont façonnés à la forme voulue puis cuits à 1250°C.

Samarcande (voir aussi Afrasiab) : ancienne ville qui apparaît pour la première fois dans les récits des conquêtes d'Alexandre le Grand. L'importance de Samarcande était due à sa situation à l'intersection des routes commerciales en provenance d'Inde, d'Afghanistan, de Perse, de Russie et menant vers la Turquie et la Chine. En 1369, Timour en fit la capitale de son empire et l'embellit régulièrement. Le dernier des Timourides, Babour dut l'abandonner aux Ouzbeks en 1511 ap J.C., alors qu'il se repliait sur l'Inde, où il donna naissance à l'empire Moghol (Brill, 1993).

Sgraffito / sgraffite (griffé en italien) : le sgraffito est une technique employée en décoration céramique comme en architecture pour mettre en valeur une teinte par grattage de la couche supérieure de teinte différente. Cette technique fut très utilisée pendant la Renaissance et durant la période Art Nouveau pour les mortiers et les stucs architecturaux.

Shaybanides : dynastie ouzbèke d'origine mongole qui régna en Asie centrale au XVI^{ème} s ap J.C., avec Boukhara comme capitale.

SOCRA : Société Nouvelle Socra, installée à Marsac sur l'Isle en Dordogne (France). Elle est spécialisée dans la conservation-restauration de céramiques, mosaïques, pierre, etc. (<http://www.socra.fr/>).

Système de gestion de contenu web : appelé aussi CMS (*Content Management System*). Il s'agit d'un logiciel implanté sur un serveur visant à gérer les différents contenus d'un site web, d'assurer la mise en page des informations présentées et de la navigation entre les pages (Sarrion, 2006).

Tesselle : élément de terre, pierre ou minéral taillé qui compose les mosaïques.

Tressailure : fracture se produisant dans une glaçure, à cause de coefficients de dilatation incompatibles entre la terre et la glaçure, ou d'un refroidissement trop rapide. Les tressailures forment des réseaux sur tout ou partie de la glaçure, altérant son intégrité.

URISA : Union Régionale des Ingénieurs et Scientifiques d'Aquitaine. Association de loi 1901.

WYSIWYG : acronyme de *What you see is what you get*, (« ce que vous voyez est ce que vous obtenez »). Il désigne une interface qui permet à l'utilisateur de voir directement à l'écran ce à quoi ressemblera le résultat final (Sarrion, 2006).

Zoroastriens : religion monothéiste fondée au cours du I^{er} millénaire av J.C. en Perse, du nom de son prophète Zarathoustra. Leur dieu Ahura Mazda était symbolisé par le feu éternel. Cette religion a perduré jusqu'à l'arrivée des musulmans, se mêlant alors aux traditions. Navruz, la fête du printemps/nouvel an fêté en Asie Centrale, est issue de cette religion.

TROISIÈME PARTIE

PERSPECTIVES

DOCUMENTS COMPLÉMENTAIRES

Chapitre 7

Perspectives

Chapitre 8

Documents complémentaires

PERSPECTIVES

Chapitre 7

PERSPECTIVES

Perspectives

La conservation du patrimoine culturel a été abordée sous deux aspects dans ce mémoire. Dans le premier il s'agissait de retrouver et conserver une technique céramique à partir d'objets références « conservés » en place dans la Mosquée Sidi Oqba de Kairouan en Tunisie (IX^{ème} s ap J.C.), site classé sur la Liste du Patrimoine Mondial. Le second aspect visait à conserver non plus un savoir-faire mais une partie d'un site, lui aussi classé sur cette Liste : la zone des bassins du palais timouride de l'Ak Saray à Shahrissabz en Ouzbékistan (XIV-XV^{ème} s ap J.C.). Les objectifs fixés ont été atteints, mais durant le travail de nombreuses idées ont émergé, lesquelles pourraient être développées dans l'avenir.

1. Conservation et valorisation d'un savoir-faire : le décor de lustre métallique

Au laboratoire :

La base de données des caractéristiques physiques des décors de lustre métallique anciens, déjà très substantielle, pourrait encore être largement complétée, autant du point de vue bibliographique (mise à jour de la base existante), que pratique (caractérisations d'autres productions, re-crétions).

Pour améliorer la compréhension du décor, il faudrait pouvoir systématiser l'observation des colloïdes en microscopie électronique en transmission, puisque la dimension des particules est finalement le principal responsable de la couleur des reflets métalliques. Cela permettrait aussi d'affiner la théorie optique développée au laboratoire.

Comme le veut la stratégie de recherche bordelaise, des re-crétions seraient systématiquement effectuées en parallèle. Elles n'auraient plus pour but premier de re-crétion les décors polychromes de Kairouan, mais d'essayer d'améliorer la maîtrise moderne des paramètres qui contrôlent la dimension des particules, notamment le traitement thermique.

Avec des artisans :

Un moyen pour valoriser ce savoir-faire, serait le transfert du laboratoire à la production artisanale. Étant donné l'intérêt depuis 2000 et souvent manifesté depuis par les intéressés du Collectif National Français des céramistes à la rencontre « Entreprise-Université », il faudrait entretenir cette coopération. Elle permettrait de transmettre à des céramistes professionnels les données acquises en recherche depuis 10 ans et de les mettre directement en pratique. Le protocole maîtrisé, les décors de lustre métalliques réalisés seraient bien évidemment destinés en priorité à la conservation/restauration, mais aussi au commerce des artisans, ce qui a dans les deux cas un impact économique réel.

Débouchés possibles :

Le décor de lustre métallique retrouvera sa place au titre de la décoration architecturale dans des édifices publics ou privés (les 1 % des bâtiments publics consacrés à l'art) ou en signalétique. Le principe de la technique peut en revanche être employé et développé, le double aspect (changement de teinte, éclat métallique) se retrouvant dans les carrosseries de voitures, certaines encres pigmentées ou encore les tissus moirés.

L'industrie des nanotechnologies :

Le préfixe nano (10^{-9} mètre), qui correspond aux colloïdes métalliques responsables du décor en réflexion diffuse comme spéculaire, est très employé depuis quelques années. Les nanotechnologies se développent en Europe, l'« échelle » du nano ouvrant de nouvelles voies et débouchés à la recherche, avec un marché annuel estimé à 340 milliards d'euros par an (Wautelet, 2005). Les industriels cherchent entre autre, à créer des couches nanométriques qui permettraient le stockage d'informations. Malheureusement, il existe un frein, qui est... le contrôle du pic plasmon de surface (Minea, 2005). Si la réduction était parfaitement contrôlée, ces industries pourraient employer une technique millénaire pour consigner les informations du futur... Ce serait pas mal.

En attendant, nous avons proposé une application immédiate de poudre de nanoparticules confinées dans des matrices vitrifiées, dans un autre domaine : celui de la préservation du patrimoine culturel, au titre de la lutte contre le vol ou les pillages des sites et surtout des musées. Il s'agit du marquage des biens culturels (ou industriels).

La technique employée par « L'Homme de Bagdad » a donc encore de beaux jours devant elle, qu'elle soit appliquée pour conserver des sites comme Kairouan ou pour décorer un immeuble moderne...

2. Les pavements et bassins glaçurés timourides de l'Ak Saray de Shahrissabz (Ouzbékistan) : deux hypothèses de travail

Le Département de la Dordogne et l'Aquitaine possèdent des entreprises extrêmement performantes dans le secteur de la conservation du patrimoine culturel¹. C'est une chance que le Conseil Général de la Dordogne, qui est en France et en Europe, l'un des plus expérimentés dans le secteur de la valorisation et de la conservation du patrimoine culturel, se soit intéressé à nos enthousiasmes. Ils étaient utopiques, ils sont devenus réalité. Inch Allah !

Le devenir des carreaux :

Un point crucial devra être précisé en concertation avec nos partenaires Ouzbeks et l'Unesco : déterminer le devenir des carreaux. Une première hypothèse serait de **remettre en place** les carreaux originaux. Malheureusement, l'altération rapide entraînée par le changement climatique obligera dans un futur proche, à restaurer à nouveau l'ensemble. La seconde hypothèse, qui semble la plus adéquate, serait le dépôt des carreaux originaux dans un **musée** et la mise en place de **fac-similés** sur le site (Bagherzadeh, 2008).

Un tel acte, ne peut être effectué que pour assurer la conservation des objets, comme le spécifie l'article 8 de la convention de Venise : *Les éléments de sculpture, de peinture ou de décoration qui font partie intégrante du monument ne peuvent en être séparés que lorsque cette mesure est la seule susceptible d'assurer leur conservation.* Ce choix sera discuté et déterminé conjointement entre les partenaires du projet, les autorités locales et l'Unesco (site classé).

Le musée Amir Temur de Shahrissabz, comprend un fond timouride de plusieurs milliers d'objets provenant des sites timourides de la ville. Étant donné qu'il est proche de l'Ak Saray (moins de 300 m) et qu'il possède des espaces d'exposition disponibles, il est le lieu le plus judicieux pour exposer les pavements restaurés. Déposer les carreaux dans un musée permettrait de les

¹ Rappelons simplement que la CESA est une entreprise industrielle qui exporte sa production de chaux sur le plan international. Quant à la SOGRA, c'est elle qui vient d'achever la restauration de la Galerie des Glaces, à Versailles. De leur côté nos experts céramistes interviennent dans plusieurs « collectifs » professionnels européens.

conserver dans une **atmosphère contrôlée**, contrairement aux carreaux *in situ* soumis aux variations de toutes sortes².

A l'aide des résultats des analyses physiques, des céramistes et fabricants de mortier ouzbeks, en collaboration avec leurs confrères français, réaliseront les fac-similés avec une majorité de matériaux locaux. Pour s'assurer de la qualité des objets, des analyses physiques seront effectuées, en particulier pour une reproduction aussi parfaite que possible des couleurs des décors. Cette phase de fabrication comporterait aussi la **formation** d'artisans locaux, dont le savoir-faire bénéficiera aux futures restaurations et générations de techniciens ouzbeks. Ce nouveau pavement et les informations qui l'accompagneront, présenteront aux visiteurs la richesse exceptionnelle de ce pavement venu du passé et sauvé grâce à la volonté d'une collectivité territoriale française (Conseil général de la Dordogne) et à un ensemble convergeant de bonnes volontés qu'elle aura su à la fois réunir et soutenir, à travers une opération « pilote », pluridisciplinaire, internationale et d'une certaine manière, exemplaire.

Dissémination des résultats par une exposition itinérante :

Faire connaître le patrimoine timouride est aussi l'une des ambitions du projet. L'idée d'une **exposition itinérante** est envisagée. Celle-ci pourrait présenter un panneau de quelques m² de carreaux originaux, lesquels seraient accompagnés d'informations sur le contexte historique et politique de sa création et de notre intervention. Divers moyens médiatiques sont envisagés.

Dissémination des résultats à travers « Shacultim » :

D'ores et déjà, « **Shacultim** », le prototype de musée virtuel réalisé par l'Association PACT, le CRP2A (IRAMAT, UMR 5060, Université de Bordeaux 3-CNRS) et l'Unesco, présentera les avancées des travaux dans une section qui sera spécialement consacrée au projet. Il permettra ainsi aux visiteurs de suivre l'avancée des travaux dans le temps, les étapes et le résultat final. ...

Le site internet va se développer au fil du temps et on envisage des versions en diverses langues (Ouzbek, Russe, Espagnol, Anglais,...). Il comportera aussi une base de données bibliographiques comparable à celle réalisée pour le décor de lustre métallique, un recensement des équipes qui travaillent sur ce matériau en Asie Centrale, etc.

La présentation de travaux académiques ayant une portée limitée, on y adjoindra une dimension sociale et économique. En situant la céramique glaçurée timouride dans son contexte, en tant que matériau, outil de propagande impériale et... Source documentaire de l'Humanité.

² C'est le cas notamment des caryatides* de l'Érechthéion à l'Acropole d'Athènes, dont les originales sont au musée éponyme.

DOCUMENTS COMPLÉMENTAIRES

Chapitre 8

**LUSTRE MÉTALLIQUE,
CONSERVATION D'UN SAVOIR-FAIRE**

**AK SARAY,
CONSERVATION D'UN SITE DE LA LISTE DU
PATRIMOINE MONDIAL**

I. Documents complémentaires de la Première Partie

Lustre métallique : conservation d'un savoir-faire

1. Sur la manière de parler, reconnaître et présenter un décor de lustre métallique.

Les quatre pages qui suivent sont destinées à faire bénéficier la communauté scientifique de notre expérience. Il faut les considérer non pas comme une prétentieuse « leçon », mais en toute simplicité et humilité comme une sorte de recommandation fondée sur notre compréhension et maîtrise du sujet, à l'issue de plusieurs années de recherches.

1.1. « Parler » des décors de lustre métallique

1.1.I. Ce que l'on trouve souvent

Des mots peuvent être proches de l'observation comme **reflet coloré**, sans toutefois être satisfaisants et surtout « justes ». Le plus souvent, malheureusement, on utilise des termes qui ne cadrent pas avec la réalité. Tels que : **irisation, métallescence, chatoisement**,...

A la place, nous préconisons : **éclat métallique coloré** ou **reflet métallique coloré**. Il faut absolument préciser, « **à la réflexion spéculaire** ».

Il est **normal** qu'un **non spécialiste** ne puisse/sache distinguer spontanément un décor de lustre métallique, d'autres manifestations colorées, comme les irisations de verres et glaçures médiévales altérées ou la métallescence de certaines céramiques antiques,.... C'est **gênant** lorsqu'il s'agit de **spécialistes** (archéologues, historiens d'art, muséologues, restaurateurs,...). Il existe pourtant des articles destinés à un large public qui évoquent très convenablement et précisément le sujet (Caiger - Smith, 1985 ; Grube, 1995 ; Mesquida *et al*, 2001 ; Ney, 2002, ...).

En revanche, on trouve beaucoup de publications bien trop **approximatives** sur le sujet, autant sur le fond que sur la forme. Nous n'évoquerons que quelques exemples :

Exemple 1, tiré de l'ouvrage, « *L'or : Mythes et légendes* » (Bachmann, 2006) :

*...« Les mosquées étaient de préférence décorées de **carreaux de céramique vernissés** ou **peints** avec des pigments minéraux. Les manufactures de Kachan en Iran, s'illustrant, dès les XIe et XIIe siècles, dans la fabrication de carreaux de céramique, dont les **effets de brillance** sont tout à fait spécifiques. La technique consiste à appliquer un **émail composé en partie de poudre de métaux**. Lors de la cuisson, l'**émail fond et devient transparent**. Les pigments métalliques donnent alors à la céramique des reflets de couleurs caractéristiques : **rougeâtre** pour le **cuivre**, **gris métallisé** pour le **sel d'argent** et **jaune d'or**, bien sûr, pour l'**or**. » ...*

1.1.II. Ce que l'on devrait trouver

Nous avons adopté une **définition** aussi conforme que possible aux données expérimentales et observables par tout un chacun (Bobin *et al*, 2003 ; Schvoerer et Ollagnier, sous

presse). Nous pensons que la terminologie choisie exprime correctement les propriétés physiques caractéristiques des décors de lustre métallique :

Le décor de lustre métallique sur céramique glaçurée, est caractérisé par un **double aspect** :

- Le premier, que l'on observe en **réflexion diffuse**, est celui d'un décor qui peut être **vert ou brun** (brun clair : « ocre » ou foncé : « marron »)
- Le second s'observe seulement à la **réflexion spéculaire** (égalité des angles d'éclairement et d'observation, de part et d'autre de la normale à la surface éclairée) : on voit un **intense reflet** (ou éclat métallique), **coloré** de manière spécifique.

1. 2. Présenter les décors de lustre métallique

1.2.I. Dans les publications

La couleur en **réflexion diffuse** est généralement la seule illustration des décors de lustre métallique que l'on trouve dans la quasi-totalité des documents évoquant le sujet. Les **2 visions** (réflexion diffuse ou réflexion spéculaire) ne sont **jamais** ou rarement représentées côte-à-côte. L'indication même du mode d'observation, c'est-à-dire du type de lumière observée (diffus ou spéculaire) est systématiquement **omise**. Il est simplement indiqué « lustre brun », « lustre vert », ...sans précision sur la couleur observée dans l'autre mode. Cette écriture est malencontreuse car elle associe le lustre à la couleur du décor en réflexion diffuse... qu'il n'a jamais.

Lorsque les illustrations ne présentent pas de double vision, on ne peut que **présumer qu'il s'agit bien de décors de lustre métallique**. L'existence de reflets métallique colorés et l'augmentation d'intensité sont les critères visuels pour identifier un lustre métallique.

Plusieurs raisons à cette absence sont possibles :

- **Manque de connaissances** du rédacteur, qui ne sait pas que le décor présente un double aspect.
- Double vision **inconnue de la part des photographes**. Ceux-ci ...évitent systématiquement les reflets car ils perturbent les prises de vue, comme ils le feraient pour un objet en verre ou une glaçure réfléchissante.

1.2.II. Dans les expositions et les catalogues d'expositions

La même insuffisance se retrouve dans la plupart des **expositions**. Pourtant, il n'est pas difficile **d'éclairer correctement** une céramique à décor de lustre métallique pour que les deux visions soient observables à tour de rôle. Pour cela, **il faut une seule source de lumière**. Cette ignorance a pour conséquence de **limiter l'intérêt du public** qui « ne voit pas » l'aspect métallique coloré du décor de lustre métallique, c'est-à-dire, ce qui fait son originalité et son grand intérêt. Du coup, il ne comprend pas le sens du terme « métallique », et encore moins les subtiles propriétés optiques de tels objets, dont l'aspect, en réflexion diffuse est souvent anonyme. Quant aux catalogues correspondants, ils ne sont guère mieux rédigés.

Exemple 2, tiré du catalogue de l'exposition au Musée de Cluny : « *Reflets d'or : d'Orient en Occident, la céramique lustrée IX-XVe siècle* », Paris, (Collectif, 2008) :

[...] « On note chaque fois la remarquable *onctuosité de la glaçure* et la *dominante le plus souvent dorée du lustre en lumière diffuse* »

L'absence d'informations sur le **double aspect** d'un décor de lustre métallique a été un **point critiqué** de cette exposition qui s'est tenue en 2008 au Musée de Cluny (Paris), en collaboration avec le Musée du Louvre. Dans le catalogue d'exposition, comme dans les salles, aucun « Reflet d'or » n'était perceptible... malgré un titre accrocheur... La confusion pour le public (un comble !), peut aussi être entretenue par la vente dans une boutique de musée, de « **répliques** » de carreaux dits « à décor de lustre métallique de Kashan », dont seul est observable, un décor brun-rouge en réflexion diffuse...

Exemple 3 : à propos de l'exposition au Musée Guimet « *Afghanistan, les trésors retrouvés. Collections du Musée National de Kaboul* » qui a eut lieu en 2008,

Nous avons constaté que les visiteurs passaient en moyenne une dizaine de secondes devant les céramiques dites à décor de lustre métallique, mais dont ils ne voyaient que le décor en réflexion diffuse, tandis que d'autres objets – d'or ou d'ivoire - (Trésor de Begram notamment), importants certes mais finalement moins originaux que les lustres, étaient privilégiés, leur aspect attirant plus facilement l'œil et suscitant l'intérêt...

La **difficulté** technique de la double vision des objets peut être **contournée** par une présentation de **photographies** ou de **vidéos** des décors en réflexion diffuse et en réflexion spéculaire de quelques objets. Ce type de présentation a pour avantage de montrer les 2 visions sans pour autant modifier une muséographie déjà existante, notamment pour les expositions permanentes. La **photographie explicative** a été employée dans de trop rares cas.

Nous songeons en particulier, à l'exposition organisée au Musée des Beaux-Arts de Lyon en 2002, « *Le Prince, le Calife et le Potier* » (Ney, 2002¹) et à une autre exposition « *Les tribulations du cuivre et de la terre* » qui a eu lieu dans un petit musée de province, le Musée départemental de la faïence et des arts de la table de Samadet (Landes) en 2006. Dans les deux cas, l'attention du public a été nettement plus importante qu'en l'absence de double vision, certains visiteurs recherchant d'eux-mêmes le reflet métallique coloré.

En définitive, les professionnels des expositions ou les spécialistes de musées ont tout à gagner en acceptant de s'informer sur ce qui peut aujourd'hui être fait pour montrer ce qui est essentiel. Évoquer, décrire et présenter des céramiques à décor de lustre métallique, n'est pas une tâche qui s'improvise, mais qui doit être réfléchie sous peine de « dénaturer » ce type de décor vieux de plus d'un millénaire et qui fait encore rêver, envoutant par ses reflets métalliques ceux qui savent le voir...

¹ NEY C., 2002, Contribution à l'exposition « Le Calife, le Prince et le Potier », Faïence à reflets métalliques dans l'Espagne musulmane et Chrétienne, 12^e-18^e siècles », Musée des Beaux Arts de Lyon, du 2 mars au 22 mai 2002 et au Catalogue correspondant.

2. Comparaison entre lustres anciens et « lustres » contemporains

Aujourd'hui, des mélanges liquides industriels, aboutissent après cuisson sur céramique, verre ou porcelaine, à un décor d'aspect métallique coloré dit **lustre métallique**. Quelques-uns de ces mélanges « lustrants » contenant argent et/ou cuivre ont été testés dans le cadre de cette recherche et les résultats obtenus comparés avec des décors de lustre métallique anciens.

2.1. Le lustre contemporain dit « bronze-cuivre » de la société Ferro couleurs²

L'un des mélanges « lustrants » contemporain utilisé pour ce travail de comparaison avec les mélanges du type de Kairouan, produit un décor qualifié par le fournisseur (soc. Ferro Couleurs) de « **bronze-cuivre** » (BDX 9030). Ce mélange est le seul de la marque comprenant à la fois de l'argent et du cuivre (Ferro Couleurs, 2003). Bien que l'information ne soit pas donnée par le fabricant, nos analyses élémentaires montrent (tableau 53) que le **principal chromogène** est l'**or** Au⁰ (Au₂O₃ : 38.45 ± 0.41 %), puis viennent le **cuivre** Cu⁰ (CuO : 8.26 ± 0.78 %) et l'**argent** Ag⁰ (Ag₂O : 4.99 ± 0.1 %). Le mélange contient aussi du soufre dont la présence semble importante en raison de son potentiel réducteur.

Constituants	S	CaO	CuO	Ag ₂ O	Au ₂ O ₃
Mélange lustrant organométallique « bronze-cuivre » (BDX 9030)	46.57 ± 0.61	1.73 ± 0.12	8.26 ± 0.78	4.99 ± 0.1	38.45 ± 0.41

Tableau n 53 : Constituants élémentaires déterminés au laboratoire (selon le mode habituel de présentation) d'un mélange lustrant organométallique devant produire un décor dit « bronze-cuivre » (BDX 9030 - société Ferro Couleurs) (5 mesures par échantillon effectuées sur des surfaces de 2160 x 1751 μm² par fluorescence de rayons X en dispersion d'énergie).

2.2. Production d'un type de lustre dit « organométallique » et comparaison avec les lustres anciens

2.2.I. Les organométalliques

Les mélanges industriels produisant des décors dits de « lustre métallique », font partie de la famille des **organométalliques**. Il s'agit de **polymères organiques** en solution (ensemble de molécules de même nature chimique) auxquels sont ajouté des **métaux nobles** et **non nobles** (or, argent, rhodium, etc.), chacun apportant des caractéristiques au mélange (brillance, tenue) (Ferro Couleurs, 2003).

Ces organométalliques, possèdent plusieurs **avantages**, qui justifient leur emploi par les industriels, mais aussi par les céramistes professionnels, voulant produire simplement des décors à l'aspect métallique coloré :

- Facilité de préparation (décor à appliquer au pinceau puis à sécher à l'abri de la poussière).
- Traitement thermique en **atmosphère oxydante** à **basse température**.
- Répartition uniforme des métaux **à la surface** du substrat vitreux.
- Obtention de **films fins** de 2000 Å ou moins (Ferro Couleurs, 2003).

² FERRO Couleurs France, 2, avenue du Président Kennedy, B.P. 540, 87011 Limoges Cedex, France. Filiale française de Ferro Corporation basée dans l'Ohio, U.S.A.

- **Reproductibilité** des dépôts réalisés.

2.2.II. Essais de réalisation de décors de « lustre métallique » avec des organométalliques

a/ *Préparation* : Le mélange bronze-cuivre ainsi que trois autres mélanges du même type à base d'argent (désignés commercialement de la couleur attendue : bleu, rouge rubis, rouge spinelle) ont été appliqués sur des carreaux de re-création (terre cuite et glaçure de re-création) (fig 194a) puis cuits selon deux protocoles différents.

b/ *Cuisson en atmosphère oxydante* : Un chauffage en atmosphère oxydante a été réalisé en four électrique jusqu'à 675°C, selon les recommandations du fabricant pour les décors sur glaçure. Les décors se forment entre 500 et 550°C, puis adhèrent au verre au-delà de cette température.

- Couleur en réflexion diffuse (fig 194b) : on observe les couleurs prévues.

- Couleur en réflexion spéculaire (fig 194b) : on note un changement de couleur pour les décors dits bronze-cuivre et rouge rubis. Ce changement est attribué à la réduction de l'argent.

c/ *Cuisson en atmosphère réductrice* : Une cuisson a été réalisée en **atmosphère réductrice** au four à bois, selon le protocole utilisé pour les re-créations des carreaux de Kairouan (2h de réduction à 550°C).

- Couleur en réflexion diffuse (fig 194c) : ce type d'atmosphère ne **convient pas** aux mélanges « lustrants » organométalliques, le décor s'étant **opacifié** (bronze-cuivre) ou ayant **calciné** partiellement (rouge spinelle et rubis) durant la cuisson.

- Couleur en réflexion spéculaire (fig 194c) : on observe toutefois par endroits de très légers changements de couleurs, bien plus faibles que lors de la cuisson oxydante.

Ce **manque de résistance** des organométalliques à l'effet des gaz réducteurs est dû, entre autres, à la présence de la couche de décor (W.C. Heraeus, 2004) sur et non sous la surface, comme c'est le cas des lustres métalliques anciens.

2.3. Composition élémentaire des décors obtenus.

D'autres différences, notamment de composition, sont observables entre les décors organométalliques (Ferro Couleurs, W.C. Heraeus, Schjerning, etc.) et les décors de Kairouan. La plus importante est, la présence **d'or** dans les organométalliques sous forme de poudre métallique. L'**ajout d'argent** et/ou de **cuivre** (aussi sous forme de poudres broyées) permet de **modifier** la **couleur** jaune de l'or métallique, comme c'est le cas du mélange bronze-cuivre (W.C. Heraeus, 2004).

Si on ne prend en compte que l'argent et le cuivre, on observe une **teneur** de métal **inférieure** dans les lustres **anciens** (maximum : 4% atomiques) par rapport aux **organométalliques** (jusqu'à : 13 % atomiques).

Les rapports entre métaux des décors sont aussi **différents**, dans le cas du décor brun de Kairouan (le plus proche chromatiquement du décor bronze-cuivre en réflexion diffuse), le décor se compose approximativement de 80 % de cuivre et de 20 % d'argent. Tandis que le décor organométallique est produit par 62 % de cuivre et 38 % d'argent. Si on prend en compte l'or, les rapports évoluent, le cuivre représentant alors seulement 29 % du total et l'argent 18 %.

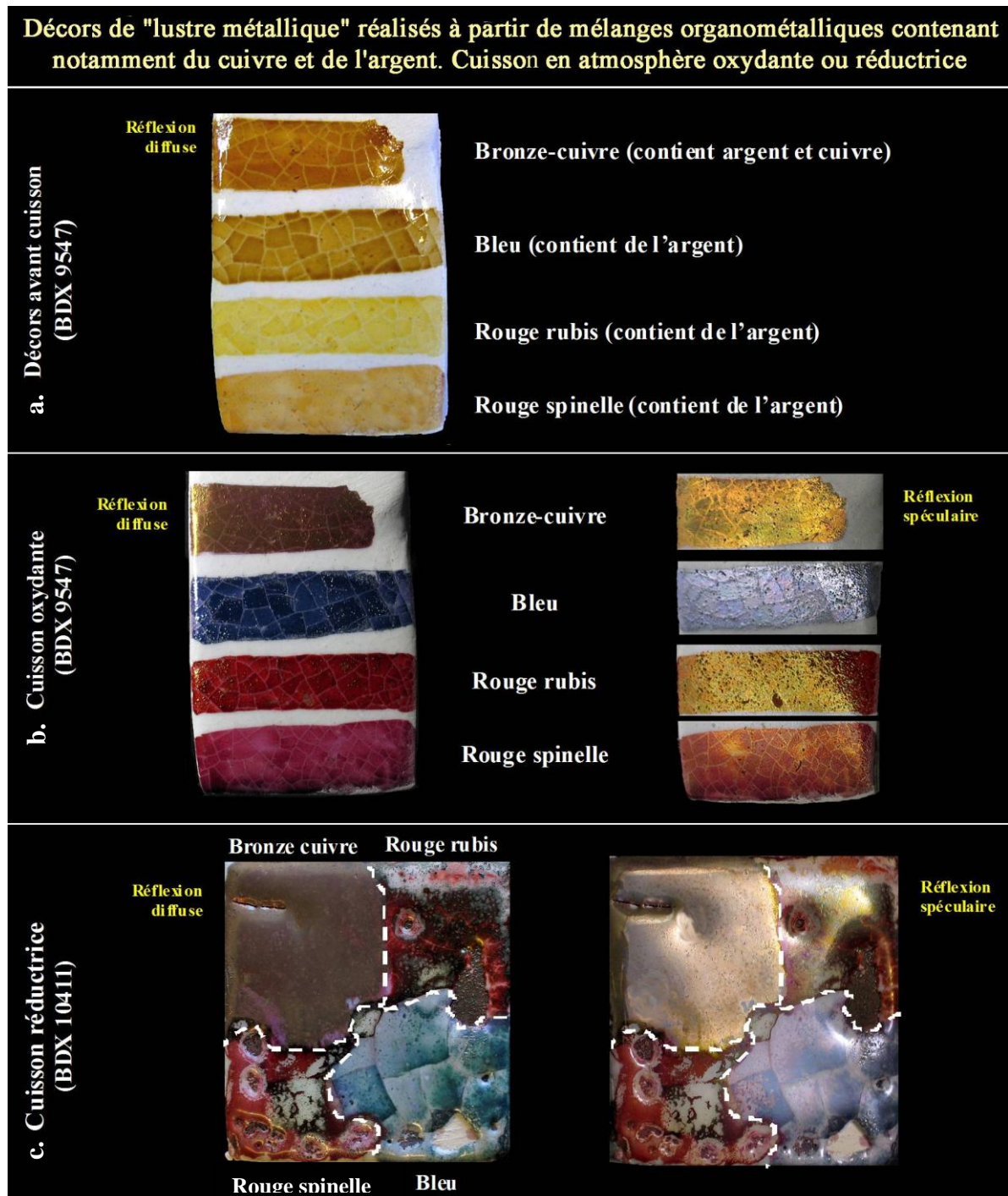


Figure n 194 : a. Avant cuisson, les décors « bronze-cuivre », « bleu », « rouge spinelle » et « rouge rubis » se présentent sous forme de couches transparentes colorées.

b. Après cuisson oxydante on observe en réflexion diffuse les couleurs prévues. En réflexion spéculaire, on note un changement de couleur et une augmentation de l'intensité pour les décors bronze-cuivre et rouge rubis.

c. Des essais en cuisson réductrice ont montré que ce type d'atmosphère ne convient pas aux organométalliques : le décor s'étant opacifié (bronze-cuivre) ou ayant calciné partiellement (rouge spinelle et rubis) durant la cuisson.

3. Un même terme, deux approches très différentes

On déduit des données précédentes que les deux **techniques** (décors à base d'organométalliques et lustres anciens), bien que portant le même nom, sont totalement

dissemblables (tableau 54), autant du point de vue de la **fabrication** (procédés, compositions, etc.) que de l'**aspect**, l'une cherchant à produire une couleur métallique visible sous tous les angles (organométalliques) et l'autre présentant **deux aspects très différents** (dont l'un est métallique/métallique coloré).

*Ces décors ne sont en rien « inférieurs » aux techniques médiévales, car leur but est différent, à savoir produire un film métallique observable sous tous les angles d'observation. Le terme **lustre** semble ainsi **inapproprié** pour ce type de création que l'on devrait plutôt qualifier de **métallisation**.*

Tableau comparatif : lustres anciens - « lustres » modernes à base d'organométalliques

	Caractéristique	Lustres anciens	Lustres modernes
Origines-supports	Origine de la technique	Moyen-Orient – vers le VIII ^{ème} s ap J.C.	Allemagne - XIX ^{ème} s ap J.C.
	Période d'utilisation	Du IX ^{ème} au XVII ^{ème} s ap J.C. Actuellement disparue (sous sa forme première)	XVIII ^{ème} s ap J.C. à maintenant. En constante évolution
	Lieux de fabrication	Principalement dans le Monde Méditerranéen, Moyen-Orient, Asie Centrale	Tous les pays
	Support	Céramique glaçurée, verre	Céramique glaçurée, verre, porcelaine, lithographie, etc.
	Décor(s) associé(s)	Décor sous/sur glaçure, or	Décor sous/sur glaçure, or, chromos
Mélange lustrant	Chromogènes du mélange lustrant	Argent et cuivre sous forme de poudre métallique, oxydes, sulfates, sulfures, etc.	Cobalt, bismuth, or, argent, cuivre, platine, fer, etc.
	Médium/liant	Ocre/argile	Résines, huiles, gommés
	Diluants/solvants	Vinaigre	Térébenthine
	Texture du mélange avant application	Mélange liquide à pâteux selon la quantité de vinaigre ajoutée	Liquide
	Texture du mélange après cuisson	Dépôt ocreux retiré avec eau/terre humide	Aucun dépôt, décor sur glaçure
	Toxicité	Variable selon la composition du mélange (réalgar, orpiment, sulfures, etc.)	Nocif, Inflammable, Irritant, Dangereux pour l'environnement
Application	Méthodes d'application	Pinceau/calame	Pinceau, calame, couteau, etc.
	Séchage/conservation	Air libre. Supporte la poussière	Etuve/plaque chauffante. A conserver à l'abri de la poussière.
Cuisson	Atmosphère de cuisson	Réductrice (réduction forte ou légère)	Oxydante
	Température de cuisson	550-600°C	675-875°C (pour glaçure)
	Protocole de cuisson	Montée et descente lentes	Montée et descente lentes
	Durée	Variable selon l'atmosphère, les conditions de cuisson, la taille du four	20 min minimum. Pas de maximum
	Type de four	Bois	Électrique ou gaz
Caractéristiques du décor	Couleur du décor en réflexion diffuse	Vert, ocre jaune, brun, rouge	Toutes les couleurs du visible
	Reflét métallique	Existant	Existant
	Couleur de décor en réflexion spéculaire	Changement de couleur (hormis « El Dorado »)	Pas / peu de changement de couleur
	Position du décor par rapport à la surface	A une centaine de nanomètres sous la surface du verre	En surface
	Etat d'oxydation du métal/des métaux	Colloïdes métalliques sphériques d'Ag ⁰ et Cu ⁰	Métaux nobles et non nobles sous forme(s) ionique et/ou métallique
	Reproductibilité (mêmes conditions expérimentales)	Variable	Systématique
	Résistance à l'abrasion	Supportent les abrasions (selon nature du verre)	Supportent les abrasions légères

Tableau n 54: Au final il y a peu de ressemblances entre les deux productions, la première présentant un changement de couleur et une augmentation d'intensité en réflexion spéculaire, tandis que la seconde n'offre qu'une intensité plus importante quelque soit l'angle d'observation.

3. Références des matériaux employés en re-création

FOUR A BOIS	
Produit	Références / Caractéristiques
Barres métalliques	Fournisseur : céramistes du Collectif Français Nature : barres cylindriques d'acier recouvertes d'une couche d'alumine Diamètre : 3.5 cm.
Brique réfractaire légère (construction et entretien)	Fournisseur Ceradel (Limoges) Ref : JM 23 Température maximum : 1260°C Densité : 0.48 Kg/dm ³
Colle fibre/brique réfractaires (entretien du four)	Fournisseur Ceradel (Limoges) Ref : Thermafix Température maximum : 1200°C Utilisation : réparations de briques et fibres réfractaires Nature : colle minérale
Fibre réfractaire en nappe (construction du four)	Fournisseur Ceradel (Limoges) Ref : Cerapaper Température maximum : 1260°C Toxicité : toxique Épaisseur : 3 mm Densité : 210 Kg/dm ³
Fibre réfractaire en nappe (entretien du four)	Fournisseur Ceradel (Limoges) Ref : Super woolblanket X 607 HT Température maximum : 1100°C Toxicité : non toxique Épaisseur : 3 mm Densité : 220 Kg/dm ³
Plaque d'enfournement	Fournisseur : Solargil (Moutiers en Puisaye) Ref : plaque d'enfournement en réfractaire lourd (alcorit) Température maximum : 1280°C Épaisseur : 15 mm
Thermocouples	Fournisseur : Thermocoax Ref : type K et gaine If d'une longueur de 3 m Thermocouple : type K en alumel (nickel, chrome, aluminium et alliages) allant de -200 à 1200°C. Diamètre : 1 mm. Gaine : If, alliage de composition non précisée, utilisée jusqu'à 1200°C dans l'industrie du verre, la métallurgie, etc. Diamètre : 3,5 mm.

FOURS ÉLECTRIQUES	
Produit	Références / Caractéristiques
Four électrique de laboratoire	Fournisseur : Carbolite Ref : Carbolite HTC 1600 Température maximum : 1600°C Mesure de température : Oui Programmable : Oui
Four électrique pour émaux sur métal	Fournisseur : Ceradel (Limoges) Ref : Four_150KF Température maximum : 1100°C Mesure de température : Oui Programmable : Non

ARGILE	
Produit	Références / Caractéristiques
Argile de Cézac	Fournisseur : offerte par Miguel Calado, céramiste Nature : argile naturelle verte cuisant rouge, provenant de Dordogne Retrait au séchage : 7 % Température de cuisson : 850-1000°C.
Argile FAM 5	Fournisseur : Solargil (Moutiers en Puisaye) Ref : Faïence Extra Blanche Lisse - FAM 5 Nature : argile grise cuisant blanc pour tournage et estampage. Retrait au séchage : 3.75% Température de cuisson : 980-1050°C
Argile FT 244B	Fournisseur : Ceradel (Limoges) Ref : PATE FT244B (14244T) Faïence DESAE Nature : argile grise cuisant blanc, pour tournage, estampage et modelage. Retrait au séchage : 6 % Coefficient de dilatation : 86 Température de cuisson : 1000-1050°C

GLAÇURE	
Produit	Références / Caractéristiques
Alumine	Fournisseur : Solargil (Moutiers en Puisaye) Ref : Alumine (Al_2O_3) Forme : poudre blanchâtre de granulométrie fine
Carbonate de potassium	Fournisseur : Ceradel (Limoges) Ref : carbonate de potasse (K_2CO_3) Forme : poudre blanchâtre de granulométrie fine, soluble dans l'eau
Carbonate de sodium	Fournisseur : Ceradel (Limoges) Ref : carbonate de soude (Na_2CO_3) Forme : poudre blanchâtre de granulométrie fine, soluble dans l'eau.
Disilicate de plomb	Fournisseur : Solargil (Moutiers en Puisaye) Ref : Disilicate de plomb ($PbO_{1,} SiO_{2,2.48}$) Forme : poudre blanchâtre de granulométrie fine. Forme de plomb autorisée, sauf contacts alimentaires.
Dolomite	Fournisseur : Ceradel (Limoges) Ref : Dolomie ($CaCO_{3,1}, MgCO_{3,0.82}$) Forme : poudre grisâtre de granulométrie fine
Oxyde de magnésium	Fournisseur : Solargil (Moutiers en Puisaye) Ref : Oxyde de magnésium (MgO) Forme : poudre grisâtre de granulométrie fine
Oxyde d'étain	Fournisseur : Ceradel (Limoges) Ref : Oxyde d'étain (SnO_2) Forme : poudre grisâtre de granulométrie fine
Sable de Marcheprime	Fournisseur : Donné par Françoise Dejoas Ref : Sable quartzeux (SiO_2) de Marcheprime (Gironde) Forme : sable blanc non broyé

MÉLANGES LUSTRANTS	
Produit	Références / Caractéristiques
Acétate argent	Fournisseur : Alfa Aesar Ref : Acétate d'argent Forme : poudre bleutée, photosensible Toxicité : nocif
Acétate cuivre	Fournisseur : fabriqué au laboratoire à partir de poudre de cuivre et de vinaigre artisanal Ref : Acétate de cuivre ($\text{Cu}_3\text{SO}_4(\text{OH})_4$) Forme : petits amas verts, photosensibles Toxicité : nocif
Cinabre	Fournisseur : Kremer Ref : cinabre (HgS) Forme : poudre rouge calibrée (\emptyset non indiqué) Toxicité : nocif
Gaz réducteur (pour réductions en four électrique)	Fournisseur : Linde Gas S.A. Ref : Nidrac 10 (mélange azote / hydrogène) Forme : Gaz comprimé en bouteille Toxicité : extrêmement inflammable. Risque d'explosion.
Hématite	Fournisseur : Kremer Ref : Hématite en poudre (Fe_2O_3) Forme : poudre noire calibrée (\emptyset non indiqué) Toxicité : nd
Kaolinite	Fournisseur : Donnée par M.Schvoerer et C.Ney Ref : kaolinite blanche provenant de la lentille d'Yviers, Charente Forme : masse d'argile blanche Toxicité : nd
Lapis lazuli	Fournisseur : ramené d'Afghanistan par M.Schvoerer en 2003 Ref : Lapis lazuli afgan ($(\text{Na}, \text{Ca})_8(\text{Al}, \text{Si})_{12}\text{O}_{24}\text{S}_2 \text{FeS}-\text{CaCO}_3$) Forme : bloc de dimensions centimétriques Toxicité : nd
Manganèse	Fournisseur : Merck Ref : manganèse (MnO_2) Forme : poudre fine noire calibrée (\emptyset non indiqué) Toxicité : nd
Marcassite	Fournisseur : Kremer Ref : sulfure de fer (FeS_2) Forme : poudre sombre calibrée (\emptyset non indiqué) Toxicité : nd
Minium	Fournisseur : Kremer Ref : minium (Pb_3O_4) Forme : poudre rouge calibrée (\emptyset non indiqué) Toxicité : toxique
Ocre d'Apt (jaune et rouge)	Fournisseur : Donnée par N.Plattel Ref : Ocre jaune d'Apt (Vaucluse) Forme : ocre jaune ou rouge en poudre (contient Fe_2O_3) (\emptyset non indiqué) Toxicité : nd
Orpiment	Fournisseur : Kremer Ref : Orpiment Forme : poudre jaune calibrée (\emptyset non indiqué) Toxicité : nocif

Oxyde de Fe^{3+}	Fournisseur : Prolabo Ref : Oxyde de Fe^{3+} (Fe_2O_3) Forme : poudre sombre calibrée (\emptyset non indiqué) Toxicité : nd
Poudre d'argent	Fournisseur : Merck Ref : Silver powder Forme : poudre grise, calibrée à 1 μm Toxicité : nd
Poudre de cuivre	Fournisseur : Merck Ref : Copper powder Forme : poudre rouge sombre, calibrée à 1.5 μm Toxicité : nd
Réalgar	Fournisseur : Kremer Ref : Réalgar Forme : poudre rouge calibrée (\emptyset non indiqué) Toxicité : toxique
Sulfate de cuivre	Fournisseur : Kremer Ref : Sulfate de cuivre Forme : poudre bleue calibrée (\emptyset non indiqué) Toxicité : nd
Sulfate de fer	Fournisseur : Kremer Ref : sulfate de fer (FeSO_4) Forme : poudre verte calibrée (\emptyset non indiqué) Toxicité : nd
Sulfure d'argent	Fournisseur : Merck Ref : Silver sulfur (Ag_2S) Forme : granulés gris millimétriques, tamisés à 20 μm Toxicité : nd
Sulfure de cuivre	Fournisseur : Merck Ref : Copper sulfur (CuS) Forme : poudre noire fine, calibrée à 1 μm Toxicité : nd
Vinaigre artisanal	Fournisseur : fabriqué au laboratoire à partie de vin artisanal Ref : Vinaigre artisanal Forme : liquide Toxicité : nd
Vinaigre tête noire	Fournisseur : Tête Noire (Bordeaux) Ref : Vinaigre de vin industriel Forme : liquide Toxicité : nd
Soufre	Fournisseur : Prolabo Ref : soufre (S) Forme : poudre jaune calibrée (\emptyset non indiqué) Toxicité : nd

II. Documents complémentaires de la Deuxième Partie Ak Saray : conservation d'un site du Patrimoine Mondial

1. Un fragment de muqarna de Karshi (Ouzbékistan) porte t'il un décor de lustre métallique ?

Bien qu'il n'ait pas été possible d'étudier cet objet au laboratoire du CRP2A, on peut tout de même en tirer quelques conclusions.

1.1. Le « lustre » de Karshi

Il existe au Musée Archéologique de Karshi* (à 70 km de Shahrissabz), dirigé par **M. Bahodir Mamadiev** un fragment de céramique glaçurée qu'il pensait être à décor de lustre métallique (fig 195). Cet objet, un fragment de **muqarna***, provient de la **Mosquée Odina de Karshi**, datée de la seconde moitié du **XIV^{ème} ap J.C.** A l'heure actuelle ce bâtiment ne possède plus de décor de lustre métallique, les rares objets subsistants ayant été remplacés par des décors bruns à base de manganèse.

1.2. Observations préliminaires

a/ Support céramique : étant donné la couleur rougeâtre du support céramique, sa texture et sa densité, on peut en déduire qu'il s'agit d'une **terre cuite** et non d'une fritte. Il est même possible d'observer en section des dégraissants de couleur blanche (ex : feldspaths, carbonates) ou noire (ex : micas), de petites dimensions (fig 195a).

b/ Glaçures : la terre cuite est recouverte par plagues, par des glaçures colorées dans la masse, de **trois couleurs** différentes (deux **bleues** et une **blanche**) parcourues par de larges tressaillures (fig 195a). L'une est bleue turquoise opaque, avec des motifs géométriques moulés en relief. L'autre est d'un bleu « cobalt » opaque, avec des motifs géométriques moulés en relief. Enfin, la dernière est opaque blanche sans relief.

Par expérience, on pense qu'il s'agit de glaçures **alcalino-plombifères** opacifiées à l'étain, dont les chromogènes sont le cuivre pour la glaçure turquoise et le cobalt pour la glaçure « cobalt ». Les glaçures timourides et perses des XIV-XV^{ème} s ap J.C. qui ont été analysées (Mason, 2004), ont pour fondants des alcalins et du plomb en teneurs variables. Dans le cas du décor turquoise à base de cuivre, une glaçure uniquement plombifère aurait générée une couleur verte.

c/ Décor : la glaçure blanche est ornée de motifs floraux à décor brun en réflexion diffuse (fig 195a) et à reflet métallique bleu/violet à la réflexion spéculaire (fig 195b). Au vu de la couleur brune du décor en réflexion diffuse, il pourrait être composé d'un mélange de cuivre et d'argent, avec une majorité de cuivre, comme nous l'avons déjà rencontré (Iran, Espagne, Syrie, etc.).

D'après des études stylistiques de lustres **persans** (Mason, 1994), le motif végétal « knob-palmette » (**palmette en S**), serait attribuable à la production dite de **Kashan**, ce qui correspond à la période de production de ce type de décor (XIII-XIV^{ème} s ap J.C.) en Perse. L'utilisation d'un décor de lustre métallique contenant **majoritairement du cuivre** et d'un

décor **bleu « cobalt »** contiguë, caractérise les décors de lustre métallique persans et renforcent encore cette hypothèse.

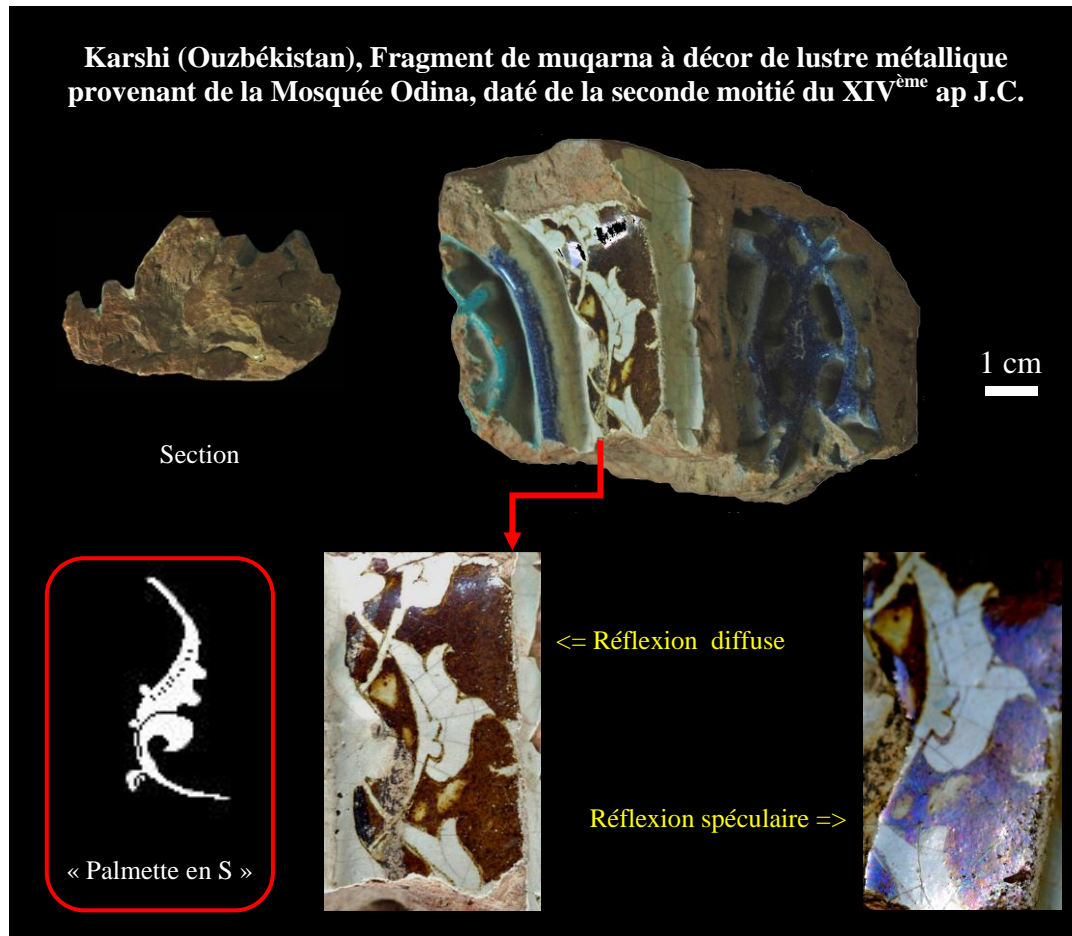


Figure n 195 : Cet objet comporte 3 décors posés sur glaçure blanche. Deux sont bleus (respectivement turquoise et cobalt) avec des motifs géométriques moulés en fort relief. Le troisième, brun en réflexion diffuse dessine une palmette en S, typique de la production de Kashan. Ce décor présente un lustre métallique bleu/violet à la réflexion spéculaire (ph : Ollagnier, 2008).

3. Bilan

L'observation visuelle de ce fragment de « muqarna », en provenance de Karshi, daté de la fin du XIV^{ème} s ap J.C., permet d'affirmer qu'il s'agit bien d'un décor de lustre métallique.

Avec cet objet, on retrouve la même situation que les échantillons à décor de lustre métallique de Shahrīsabz, à savoir un mélange de tradition persane (motifs, couleurs, composition du lustre métallique) et probablement d'impératifs / goûts locaux (usages de terre cuite, pas de bleu de cobalt directement sur le lustre, etc.).

Sans effectuer d'analyses, il est impossible de savoir si on a affaire à une même production. Toutefois, étant donné la distance réduite dans le temps (même période) et l'espace (70 km) entre l'Ak Saray de Shahrīsabz et la Mosquée Odina de Karshi, il est possible que les mêmes artisans aient œuvré sur ces deux bâtiments.

2. Extraits *in extenso* du carnet de voyage de Ruy Gonzalez de Clavijo, sur sa visite de la ville de Kech (Shahrisabz) en 1404 ap J.C.

D'après l'interprétation de Lucien Kehren (Kehren, 2006, p 199).

Le lendemain, jeudi 28 août, à l'heure de messe, nous entrâmes dans une ville appelée Kech qui se trouve dans une plaine. Elle est parcourue par de nombreux ruisseaux et des canaux. Elle est entourée par des jardins et des fermes. Près d'elle s'étendent des bourgs sur le sol plat qui l'environne. Cette contrée, riche en eaux et en prairies est très peuplée. Elle est jolie en été. Les terres de la plaine possèdent beaucoup de champs de blé, de vignes, des cultures de coton, de melons, ainsi que des vergers. La ville est protégée par un mur en terre qui en fait le tour, par des fossés et des portes à pont-levis.

Timour Beg, ainsi que son père, sont nés à Kech. On y trouve de grandes constructions et des mosquées, l'une d'entre elles, particulièrement vaste, est en cours de réalisation sur l'ordre de Timour Beg. Elle possède une chapelle qui abrite la dépouille de son père. Il y a une autre chapelle, plus importante, qui lui est destinée, mais elle n'est pas terminée.

On nous dit que Timour Beg était venu ici il y avait environ un mois et qu'il n'avait pas aimé sa porte trop basse. Il avait ordonné qu'elle soit rehaussée. Des maîtres artisans y travaillaient en ce moment.

Dans cette mosquée inachevée, le fils aîné de Timour Beg, qui s'appelait Djahangir, est inhumé.

La mosquée et les chapelles sont richement décorées avec des motifs bleu, or et des carreaux de faïence. Devant l'entrée il y a une grande cour contenant des bassins et des arbres.

[...] Le lendemain, on nous fit visiter un vaste palais que Timour Beg était en train de faire construire et on nous dit que depuis vingt ans de nombreux maîtres en métiers y travaillaient chaque jour.

Ce palais possède une longue façade avec un très haut portail. Aussitôt passé celui-ci, on voit, à droite, mais aussi à gauche, des arcades en briques, ornées de carreaux de faïence, placés en opposition, qui abritent de petites chambres dépourvues de porte, dont le sol est recouvert aussi de carreaux de faïence. Elles

sont destinées à recevoir les gens, qui peuvent s'y asseoir, lorsque Timour Beg est présent.

En face, une autre porte, on passe dans une vaste cour aux dalles blanches, entourée d'arcades richement décorées, possédant au milieu un grand bassin rempli d'eau.

Par cette cour, qui mesure bien 300 pas de large, on accède par un portail large et haut, orné de motifs or et bleu, et de carreaux de faïence, d'un aspect admirable, à un ensemble de bâtiments. Le fronton de ce portail porte la représentation d'un lion placé dans un soleil, au centre, et à chaque extrémité une figure identique.

[...] Passé ce portail, on entre dans une antichambre carrée aux murs peints de bleu et d'or, et ornées de carreaux de faïence ; le plafond est couvert de dorures. De là, on nous fit monter aux étages.

Tout dans ce palais est doré. On nous montra tant de pièces et d'appartements décorés magnifiquement, avec des couleurs or, bleu et bien d'autres, que se serait trop long de les décrire. L'intérieur du palais est merveilleusement et finement ouvragé ; c'est un enchantement pour les yeux.

En un endroit, nous vîmes des chambres et des appartements que Timour Beg avait fait aménager pour son harem, dont le plafond, les murs et les planchers sont admirablement décorés.

Dans des bâtiments travaillent beaucoup d'éminents maîtres en de nombreux métiers.

Nous visitâmes ensuite un salon que Timour Beg avait fait construire à part pour se restaurer en compagnie de ses favorites. Devant cette vaste pièce, richement ornée, il y a un grand jardin où se trouvent beaucoup d'arbres d'ombrage, d'arbres fruitiers de plusieurs espèces, et des bassins de pierre sculptée. Ses vastes dimensions permettent d'y recevoir à l'aise de nombreux invités en été et de leur faire profiter agréablement de l'eau et de l'ombrage.

Les ouvrages de ce palais sont réalisés avec tant de magnificence et de profusion qu'il est difficile de bien les décrire si on ne peut les observer avec tout le loisir nécessaire.

CONSEIL INTERNATIONAL
DES MONUMENTS ET DES SITES



INTERNATIONAL COUNCIL
ON MONUMENTS AND SITES

CHARTRE INTERNATIONALE SUR LA CONSERVATION ET LA RESTAURATION DES MONUMENTS ET DES SITES (CHARTRE DE VENISE 1964)

**I^ee Congrès international des architectes et des techniciens
des monuments historiques, Venise, 1964**

Adoptée par l' ICOMOS en 1965.

Chargées d'un message spirituel du passé, les œuvres monumentales des peuples demeurent dans la vie présente le témoignage vivant de leurs traditions séculaires. L'humanité, qui prend chaque jour conscience de l'unité des valeurs humaines, les considère comme un patrimoine commun, et, vis-à-vis des générations futures, se reconnaît solidairement responsable de leur sauvegarde. Elle se doit de les leur transmettre dans toute la richesse de leur authenticité.

Il est dès lors essentiel que les principes qui doivent présider à la conservation et à la restauration des monuments soient dégagés en commun et formulés sur un plan international, tout en laissant à chaque nation le soin d'en assurer l'application dans le cadre de sa propre culture et de ses traditions.

En donnant une I^{ère} forme à ces principes fondamentaux, la Charte d'Athènes de 1931 a contribué au développement d'un vaste mouvement international, qui s'est traduit dans des documents nationaux, dans l'activité de l'ICOM et de l'UNESCO, et dans la création par cette dernière du Centre international d'études pour la conservation et la restauration des biens culturels.

La sensibilité et l'esprit critique se sont portés sur des problèmes toujours plus complexes et plus nuancés ; aussi l'heure semble venue de réexaminer les principes de la Charte afin de les approfondir et d'en élargir la portée dans un nouveau document.

En conséquence, le I^ee Congrès International des Architectes et des Techniciens des Monuments Historiques, réuni, à Venise du 25 au 31 mai 1964, a approuvé le texte suivant :

DÉFINITIONS

Article 1.

La notion de monument historique comprend la création architecturale isolée aussi bien que le site urbain ou rural qui porte témoignage d'une civilisation particulière, d'une évolution significative ou d'un événement historique. Elle s'étend non seulement aux grandes créations mais aussi aux œuvres modestes qui ont acquis avec le temps une signification culturelle.

Article 2.

La conservation et la restauration des monuments constituent une discipline qui fait appel à toutes les sciences et à toutes les techniques qui peuvent contribuer à l'étude et à la sauvegarde du patrimoine monumental.

Article 3.

La conservation et la restauration des monuments visent à sauvegarder tout autant l'œuvre d'art que le témoin d'histoire.

CONSERVATION**Article 4.**

La conservation des monuments impose d'abord la permanence de leur entretien.

Article 5.

La conservation des monuments est toujours favorisée par l'affectation de ceux-ci à une fonction utile à la société ; une telle affectation est donc souhaitable mais elle ne peut altérer l'ordonnance ou le décor des édifices. C'est dans ces limites qu'il faut concevoir et que l'on peut autoriser les aménagements exigés par l'évolution des usages et des coutumes.

Article 6.

La conservation d'un monument implique celle d'un cadre à son échelle. Lorsque le cadre traditionnel subsiste, celui-ci sera conservé, et toute construction nouvelle, toute destruction et tout aménagement qui pourrait altérer les rapports de volumes et de couleurs seront proscrits.

Article 7.

Le monument est inséparable de l'histoire dont il est le témoin et du milieu où il se situe. En conséquence le déplacement de tout ou partie d'un monument ne peut être toléré que lorsque la sauvegarde du monument l'exige ou que des raisons d'un grand intérêt national ou international le justifient.

Article 8.

Les éléments de sculpture, de peinture ou de décoration qui font partie intégrante du monument ne peuvent en être séparés que lorsque cette mesure est la seule susceptible d'assurer leur conservation.

RESTAURATION**Article 9.**

La restauration est une opération qui doit garder un caractère exceptionnel. Elle a pour but de conserver et de révéler les valeurs esthétiques et historiques du monument et se fonde sur le respect de la substance ancienne et de documents authentiques. Elle s'arrête là où commence l'hypothèse, sur le plan des reconstitutions conjecturales, tout travail de complément reconnu indispensable pour raisons esthétiques ou techniques relève de la composition architecturale et portera la marque de notre temps. La restauration sera toujours précédée et accompagnée d'une étude archéologique et historique du monument.

Article 10.

Lorsque les techniques traditionnelles se révèlent inadéquates, la consolidation d'un monument peut être assurée en faisant appel à toutes les techniques modernes de conservation et de construction dont l'efficacité aura été démontrée par des données scientifiques et garantie par l'expérience.

Article 11.

Les apports valables de toutes les époques à l'édification d'un monument doivent être respectés, l'unité de style n'étant pas un but à atteindre au cours d'une restauration. Lorsqu'un édifice comporte plusieurs états superposés, le dégagement d'un état sous-jacent ne se justifie qu'exceptionnellement et à condition que les éléments enlevés ne présentent que peu d'intérêt, que la composition mise au jour constitue un témoignage de haute valeur historique, archéologique ou esthétique, et que son état de conservation soit jugé suffisant. Le jugement sur la valeur des éléments en question et la décision sur les éliminations à opérer ne peuvent dépendre du seul auteur du projet.

Article 12.

Les éléments destinés à remplacer les parties manquantes doivent s'intégrer harmonieusement à l'ensemble, tout en se distinguant des parties originales, afin que la restauration ne falsifie pas le document d'art et d'histoire.

Article 13.

Les adjonctions ne peuvent être tolérées que pour autant qu'elles respectent toutes les parties intéressantes de l'édifice, son cadre traditionnel, l'équilibre de sa composition et ses relations avec le milieu environnant.

SITES MONUMENTAUX**Article 14.**

Les sites monumentaux doivent faire l'objet de soins spéciaux afin de sauvegarder leur intégrité et d'assurer leur assainissement, leur aménagement et leur mise en valeur. Les travaux de conservation et de restauration qui y sont exécutés doivent s'inspirer des principes énoncés aux articles précédents.

FOUILLES**Article 15.**

Les travaux de fouilles doivent s'exécuter conformément à des normes scientifiques et à la « Recommandation définissant les principes internationaux à appliquer en matière de fouilles archéologiques » adoptée par l'UNESCO en 1956.

L'aménagement des ruines et les mesures nécessaires à la conservation et à la protection permanente des éléments architecturaux et des objets découverts seront assurés. En outre, toutes initiatives seront prises en vue de faciliter la compréhension du monument mis au jour sans jamais en dénaturer la signification.

Tout travail de reconstruction devra cependant être exclu à priori, seule l'anastylose peut être envisagée, c'est-à-dire la recomposition des parties existantes mais démembrées. Les éléments d'intégration seront toujours reconnaissables et représenteront le minimum nécessaire pour

assurer les conditions de conservation du monument et rétablir la continuité de ses formes.

DOCUMENTATION ET PUBLICATION**Article 16.**

Les travaux de conservation, de restauration et de fouilles seront toujours accompagnés de la constitution d'une documentation précise sous forme de rapports analytiques et critiques illustrés de dessins et de photographies. Toutes les phases de travaux de dégagement, de consolidation, de recomposition et d'intégration, ainsi que les éléments techniques et formels identifiés au cours des travaux y seront consignés. Cette documentation sera déposée dans les archives d'un organisme public et mise à la disposition des chercheurs ; sa publication est recommandée.

Ont participé à la commission pour la rédaction de la charte internationale pour la conservation et la restauration des monuments :

M. Piero Gazzola (Italie), président
 M. Raymond Lemaire (Belgique), rapporteur
 M. José Bassegoda-Nonell (Espagne)
 M. Luis Benavente (Portugal)
 M. Djurdje Boskovic (Yougoslavie)
 M. Hiroshi Daifuku (UNESCO)
 M. P.L. de Vrieze (Pays-Bas)
 M. Harald Langberg (Danemark)
 M. Mario Matteucci (Italie)
 M. Jean Merlet (France)
 M. Carlos Flores Marini (Mexique)
 M. Roberto Pane (Italie)
 M. S.C.J. Pavel (Tchécoslovaquie)
 M. Paul Philippot (ICCROM)
 M. Victor Pimentel (Pérou)
 M. Harold Plenderleith (ICCROM)
 M. Deoclecio Redig de Campos (Vatican)
 M. Jean Sonnier (France)
 M. François Sorlin (France)
 M. Eustathios Stikas (Grèce) Mme Gertrud Tripp (Autriche)
 M. Jan Zachwatovicz (Pologne)
 M. Mustafa S. Zbiss (Tunisie)