

Concentración de óxido de estaño y su evolución en los esmaltes o vidriados de cerámicas de tipo Fajalauza (s. XV-XXI)

Alejandro Pinilla, Fernando Agua | Instituto de Historia, CSIC

Daniel Morales-Martín | Universidad Complutense de Madrid

Fátima Quijada, M.^a Ángeles Villegas, Manuel García-Heras | Instituto de Historia, CSIC

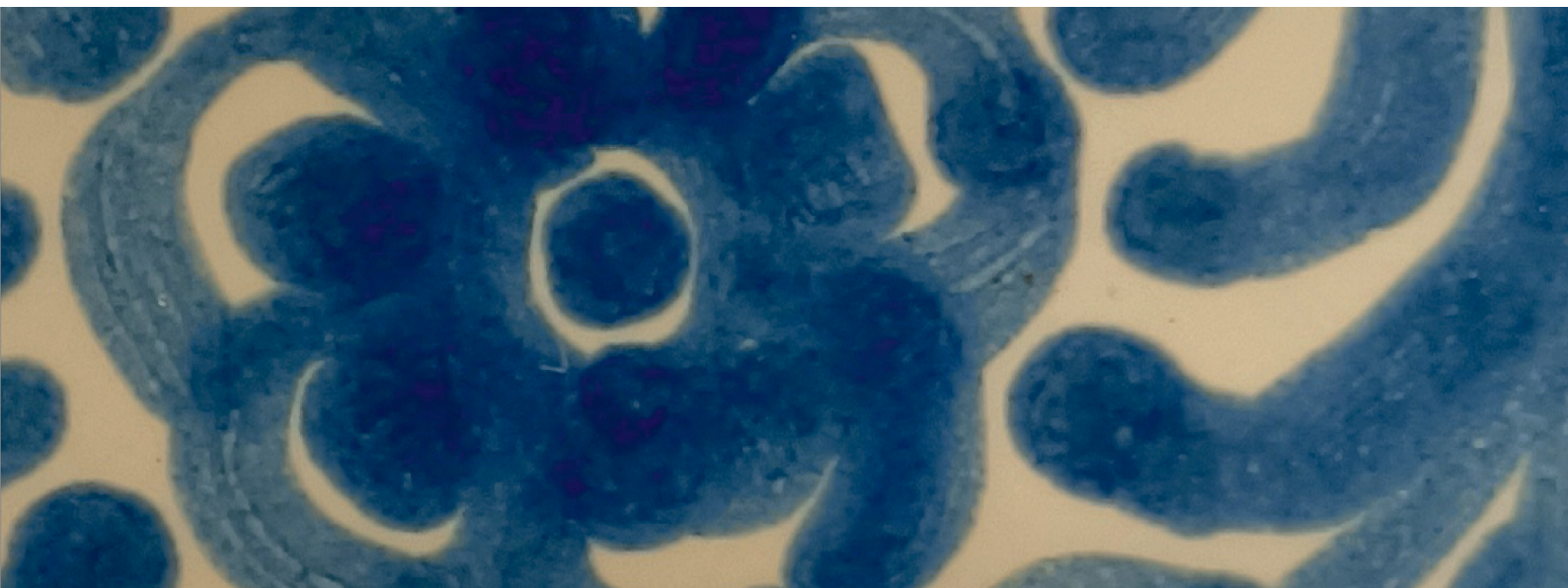
URL de la contribución <www.iaph.es/revistaph/index.php/revistaph/article/view/5459>

RESUMEN

Se presentan los resultados de la caracterización arqueométrica de los esmaltes o vidriados de una selección representativa de fragmentos de cerámica de tipo Fajalauza como parte de un amplio estudio sobre la evolución tecnológica de esta popular producción granadina. El conjunto cerámico comprende un amplio periodo cronológico que abarca desde finales de la época morisca en el siglo XV hasta las producciones actuales del siglo XXI. La caracterización arqueométrica se realizó mediante lupa binocular, fluorescencia de rayos X (FRX), difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido de emisión de campo (MEBEC), microanálisis de espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS), análisis petrográfico mediante lámina delgada y espectrofotometría UV-Vis. Los resultados han proporcionado datos importantes sobre algunos de los procesos tecnológicos implicados en la producción de la cerámica de Fajalauza como la monococción, así como una progresiva disminución del contenido de SnO₂ empleado como opacificante en los esmaltes o vidriados que usan como base óxido de plomo (PbO). Así, mientras el contenido de PbO se mantiene estable (entre ~30-50 % en peso), la concentración de SnO₂ va disminuyendo desde ~12-15 % en peso en ejemplares de los siglos XVI y XVII hasta valores cercanos a 4 % en peso en cerámicas del siglo XIX. La constatación de este patrón puede relacionarse con el progresivo aumento del precio de este metal con el avance de los siglos, así como con su progresiva escasez. La sustitución de SnO₂ por zircona (ZrO₂) se ha verificado analíticamente en producciones desde finales del siglo XX.

Palabras clave

Arqueometría | Caracterización | Cerámica | Fajalauza | Tecnología | Esmaltes | Óxido de estaño | Opacificante | Zircona |



Concentration of tin oxide and its evolution in enamels or glazes of Fajalauza-type ceramics (15th-21st centuries AD)

ABSTRACT

The results of the archaeometric characterization of enamels or glazes of a representative selection of fragments of Fajalauza-type ceramics are presented as part of a large study on the technological evolution of this popular production from Granada. The ceramic assemblage covers a wide chronological range which encompasses from the late Moresque period in the 15th century AD up to 21st century AD contemporary productions. The archaeometric characterization was undertaken by binocular magnifying glass, X-ray fluorescence (XRF), X-ray diffraction (XRD), field emission scanning electron microscopy (FESEM), energy dispersive X-ray spectrometry (EDS) microanalysis, petrographic analysis by thin section and UV-Vis spectrophotometry. The results have provided important data on some of the technological processes involved in the production of Fajalauza-type ceramics, such as single firing, as well as a progressive decrease in the SnO₂ content used as an opacifier in enamels or glazes that use lead oxide (PbO) as a base. Thus, while the PbO content remains stable (between ~30-50 wt. %), the SnO₂ concentration decreases from ~12-15 wt. % in fragments from the 16th and 17th centuries AD up to values close to 4 wt. % in 19th century AD ceramics. The verification of this pattern can be related to the progressive increase in the price of this metal with the advance of the centuries, as well as with its progressive shortage. The replacement of SnO₂ by zirconia (ZrO₂) has been analytically verified in productions since the end of the 20th century AD.

Key words

Archaeometry | Characterization | Ceramic | Fajalauza | Technology | Enamels | Tin oxide | Opacifier | Zirconia |

Cómo citar: Pinilla, A., Agua, F., Morales-Martín, D., Quijada, F., Villegas, M.A. y García-Heras, M. (2024) Concentración de óxido de estaño y su evolución en los esmaltes o vidriados de cerámicas de tipo Fajalauza (s. XV-XXI). *revista PH*, n.º 111, pp. 44-59. Disponible en: www.iaph.es/revistaph/index.php/revistaph/article/view/5459 DOI 10.33349/2024.111.5459

Enviado: 10/10/2023 | **Aceptado:** 25/01/2024 | **Publicado:** 10/02/2024

Introducción

La cerámica de tipo Fajalauza es una producción popular de marcada identidad sociocultural en Granada y alrededores. Su denominación se acuñó a mediados del siglo XIX (el término aparece nombrado en 1841 en la revista local *La Alhambra*), debido a que algunos talleres que produjeron esta cerámica se ubicaron en el barrio del Albayzín de Granada junto a la puerta de Fajalauza (Cano y Garzón 2004). A pesar de que se trata de una cerámica bien conocida en los ámbitos históricos y artísticos, apenas se tienen datos sobre su producción, tecnología y características de sus particulares decoraciones. Con el fin de esclarecer estos interrogantes con relación al conocimiento científico de los materiales cerámicos históricos o arqueológicos, como el caso de la cerámica de tipo Fajalauza, son cada vez más numerosas las publicaciones que incluyen caracterizaciones químico-físicas con técnicas de análisis convencionales (Gómez Morón et ál. 2016; Fortes et ál. 2016).

El grupo de investigación CERVITRUM ha emprendido en los últimos años un amplio estudio arqueométrico sobre estas producciones granadinas para dar respuesta a algunos de los interrogantes planteados sobre su tecnología y sobre sus procesos de producción. Como parte de este estudio en esta contribución se presentan los resultados de la caracterización arqueométrica de los esmaltes o vidriados de una selección representativa de fragmentos y piezas de tipo Fajalauza, que abarca desde fragmentos con contextos arqueológicos fiables de finales de la época morisca en el siglo XV, pasando por materiales arqueológicos bien contextualizados de los siglos XVI al XIX, hasta piezas del siglo XXI. Los objetivos principales de este estudio consistieron en determinar la composición química de los esmaltes, trazar su evolución cronológica e identificar sus patrones de producción.

Antecedentes

El precedente estético de la cerámica de Fajalauza se sitúa en la típica decoración de color azul de la cerámica almohade y más tarde de la cerámica nazarí, cuyos alfares debieron adaptarse progresivamente a las nuevas condiciones motivadas por la conquista de Granada por los Reyes Católicos, que tuvieron como resultado unas decoraciones más escasas y menos estilizadas de los recipientes cerámicos, así como una tonalidad azul cada vez menos intensa a lo largo de los siglos XVI y XVII.

Sin embargo, a partir del siglo XIX y con continuación en el siglo XX y por ende en el XXI, los motivos decorativos experimentan un notable impulso en el que predominan trazos más finos y decoraciones más profusas en las que se emplea un azul más intenso, a veces combinado también con verde

y, en menor medida, marrón, así como una imitación de las tonalidades azules más antiguas que actualmente se denominan “azul piedra” (Rodríguez Aguilera y Bordes García 2001).

En cualquier caso, la cerámica de Fajalauza se identifica con unas características comunes, como son el revestimiento de las piezas cerámicas con una capa o vidriado de esmalte blanco que se decora con color azul, verde y a veces marrón o violeta. Esta decoración, compuesta en general por motivos tradicionales en los que predominan flores, frutos o elementos vegetales y aves sobre el fondo de esmalte blanco, es la que mejor resume las características de la cerámica denominada de tipo Fajalauza.

Materiales analizados

Para llevar a cabo este estudio se realizó una selección representativa de fragmentos y piezas cerámicas de tipo Fajalauza desde época morisca hasta piezas elaboradas en el presente (siglo XXI). Hasta el momento se han analizado un total de 35 muestras procedentes en un número importante de casos de materiales arqueológicos con buenos contextos. Estas muestras se asocian a cuatro conjuntos:

1) Cerámicas denominadas pre-Fajalauza de los siglos XV y XVI (11 muestras), procedentes de recientes excavaciones arqueológicas realizadas en la ciudad de Granada en las calles San Gregorio Alto n.º 10, Camino Nuevo de San Nicolás n.º 10, con un depósito *in situ* de cerámica morisca, y Candiota n.º 6-12, esta última una casa nobiliaria de la familia Zayas (Rodríguez Aguilera y Morcillo Matillas 2020; Rodríguez Aguilera et ál. 2010).

2) Cerámicas de tipo Fajalauza de los siglos XVII y XVIII (13 muestras), procedentes de recientes excavaciones arqueológicas realizadas en la ciudad de Granada en las calles Bibarrambla n.º 12, un conjunto de inmuebles adosados a la muralla zirí, Candiota n.º 6-12, San Juan de los Reyes n.º 68-74 y María la Miel n.º 10 (Navarro Palazón, Rodríguez Aguilera y Jiménez Castillo 2017; Márquez Rodríguez 2017; Rodríguez Aguilera, Rodríguez Aguilera y Jódar Hódar 2021).

3) Cerámicas de tipo Fajalauza del siglo XIX (3 muestras), procedentes de las excavaciones efectuadas en el año 2019 en el edificio del Maristán nazarí de Granada, de un contexto fechado en 1843.

4) Cerámicas de tipo Fajalauza contemporáneas de los siglos XX y XXI (8 muestras). Este conjunto no se compone de muestras arqueológicas sino de colecciones privadas, así como de otras procedentes de la producción actual de la Fábrica de Cecilio Morales, fechadas entre los años 1920 y 2020.

Técnicas de observación y análisis utilizadas

En esta contribución se han empleado principalmente las técnicas de lupa binocular, microscopía electrónica de barrido de emisión de campo con microanálisis de energía de dispersión de rayos X (FESEM-EDS) y difracción de rayos X (DRX). No obstante, en el estudio arqueométrico en su conjunto también se están utilizando otras técnicas como espectrometría de fluorescencia de rayos X (FRX), análisis petrográfico mediante lámina delgada y espectrofotometría UV-Vis.

Se ha empleado una lupa binocular Motic SMZ 168 con cámara digital Moticom 2500. La microscopía electrónica de barrido se ha realizado con un equipo de emisión de campo Hitachi S-4800 de cátodo frío, trabajando con tensiones de aceleración de 15 kV sobre secciones de las muestras cerámicas pulidas a espejo con una suspensión acuosa de óxido de cerio y recubiertas con carbono con un vaporizador JEOL JEE4b. En general las imágenes se obtuvieron en modo de electrones retrodispersados. Los microanálisis por EDS se realizaron con un sistema Oxford X-Max de 20 mm² con resolución de 125 eV (Mn K α) acoplado al microscopio mencionado. Los análisis de DRX se realizaron sobre muestra en polvo, obtenida por molienda manual del fragmento cerámico con mortero y mano de ágata, con un difractómetro PANalytical X'Pert MPD, utilizando la radiación K α del cobre (1,54056 Å) y condiciones de trabajo de 45 kV y de 40 mA. Los difractogramas se registraron entre $2\theta = 5-60^\circ$, con un paso de ángulo de $0,03^\circ$ y un tiempo por paso de 2 s. La composición química elemental de las muestras se determinó por FRX con un equipo PANalytical, modelo Magi-X, de dispersión de longitudes de onda, provisto de un tubo de rayos X de ánodo de rodio de 2,4 kW. Las muestras se analizaron en polvo preparado en perla. Las perlas se obtuvieron por fusión a 1.100°C con una perladora Perl'X3 de Philips.

Resultados y discusión

Composición química de los esmaltes o vidriados

La tabla 1 (p. 49) muestra los resultados de la composición química promedio, a partir de tres medidas realizadas en tres zonas distintas del esmalte, obtenidas tanto en áreas de coloración azul como, cuando fue posible, en áreas blancas de base. En todos los casos se trata de vidriados plúmbicos opacificados con óxido de estaño (SnO₂).

Los resultados indicaron una progresiva disminución del contenido de SnO₂ como opacificante en los esmaltes que usan como base óxido de plomo (PbO). Así, mientras el contenido de PbO se mantiene estable entre $\sim 30,0$

Muestra	Cronología	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	K ₂ O	CaO	Fe ₂ O ₃	CuO	ZnO	As ₂ O ₃	ZrO ₂	SnO ₂	PbO
Área azul														
F-02	Fin XV	1,1	---	3,3	40,4	3,6	2,5	1,8	---	---	0,1	---	6,4	40,8
F-05	Fin XVI	1,0	0,1	2,1	39,5	2,9	1,2	1,4	---	---	---	---	12,7	39,1
F-06	Fin XVI	0,9	0,9	3,3	44,3	2,3	2,8	1,0	---	---	---	---	10,6	33,9
F-07	Fin XVI	0,7	---	2,8	40,5	2,0	---	1,4	---	---	---	---	7,6	45,0
F-11	XVI-XVII	1,2	0,3	2,5	40,5	1,6	0,9	0,6	---	---	---	---	15,4	37,0
F-12	XVII	1,0	0,5	4,4	40,9	2,6	1,4	0,6	---	---	---	---	13,2	35,4
F-13	XVII	1,0	0,4	3,2	40,2	2,3	1,4	0,7	---	---	0,3	---	15,4	35,1
F-16	XVII-XVIII	0,9	0,7	4,8	52,5	3,5	4,7	1,7	---	---	---	---	7,2	24,0
F-17	XVII-XVIII	0,2	0,3	4,3	44,6	2,3	0,9	0,5	---	---	---	---	5,3	41,6
F-18	XVII-XVIII	0,6	0,7	4,6	50,2	3,0	2,1	---	---	---	---	---	5,9	32,9
F-23	XVIII	0,4	0,2	3,8	42,0	1,9	1,9	0,8	---	---	0,3	---	4,7	44,0
F-25	1843	0,6	0,4	3,3	39,0	1,5	3,8	0,8	---	---	0,4	---	5,2	45,0
F-26	1843	0,7	0,4	2,5	48,8	3,8	3,3	1,2	---	---	---	---	4,2	35,1
F-27	1843	---	2,0	2,5	46,1	1,6	7,4	---	---	---	---	---	8,1	32,3
F-32	1992	3,2	0,3	7,7	58,0	4,3	4,2	0,2	3,1	---	---	4,7	---	14,2
F-33	2010	2,6	---	8,4	64,2	2,7	2,7	---	---	---	---	9,4	---	10,0
F-34	2018	1,2	0,2	7,0	48,5	1,7	1,4	---	---	---	---	4,2	---	35,8
F-35	2020	1,5	0,5	10,6	64,2	6,2	6,7	0,3	---	3,8	---	6,2	---	---
Área blanca														
F-02	Fin XV	1,2	---	3,0	39,1	2,4	1,9	---	---	---	0,3	---	10,8	41,3
F-05	Fin XVI	1,1	---	2,8	41,4	2,7	0,6	1,2	---	---	---	---	11,5	38,7
F-07	Fin XVI	0,8	0,3	3,7	39,1	1,5	1,0	0,1	---	---	---	---	5,3	48,2
F-16	XVII-XVIII	1,2	0,4	4,8	48,2	3,0	3,3	0,4	---	---	---	---	8,3	30,4
F-17	XVII-XVIII	0,3	0,1	4,0	44,3	2,2	2,1	0,9	---	---	0,3	---	5,8	40,0
F-18	XVII-XVIII	0,5	0,5	3,7	46,3	2,3	1,9	0,2	---	---	0,4	---	6,0	38,2
F-19	XVII-XVIII	0,7	0,3	3,1	38,1	0,9	1,5	0,7	---	---	---	---	4,9	49,8
F-23	XVIII	0,6	0,4	3,6	38,6	1,5	1,8	0,6	---	---	---	---	6,4	46,5
F-25	1843	0,8	0,7	3,3	40,5	1,3	3,2	---	---	---	---	---	6,3	43,9
F-31	1977	0,9	0,2	1,8	40,2	1,5	1,4	0,6	---	---	---	---	3,8	49,6

Tabla 1. Resultados de los análisis mediante EDS (% en peso). (---) No detectado | fuente Grupo de investigación CERVITRUM, de todas las imágenes y gráficos del artículo, si no se indica lo contrario

y 50,0 % en peso, la concentración de SnO₂ va disminuyendo desde ~11,0 a 15,0 % en peso en ejemplares de los siglos XVI y XVII hasta valores comprendidos entre aproximadamente 4,0 y 8,0 % en peso en cerámicas de los siglos XVIII y XIX, con algunas excepciones como la concentración de SnO₂ de la muestra del conjunto pre-Fajalauza F-02 (6,4 % en peso), aunque en el área blanca se acerca más a los valores de las cerámicas de los siglos XVI y XVII (10,8 % en peso).

Los resultados también indicaron que el óxido de estaño dejó de utilizarse en la producción de cerámica de Fajalauza a partir de un determinado momento

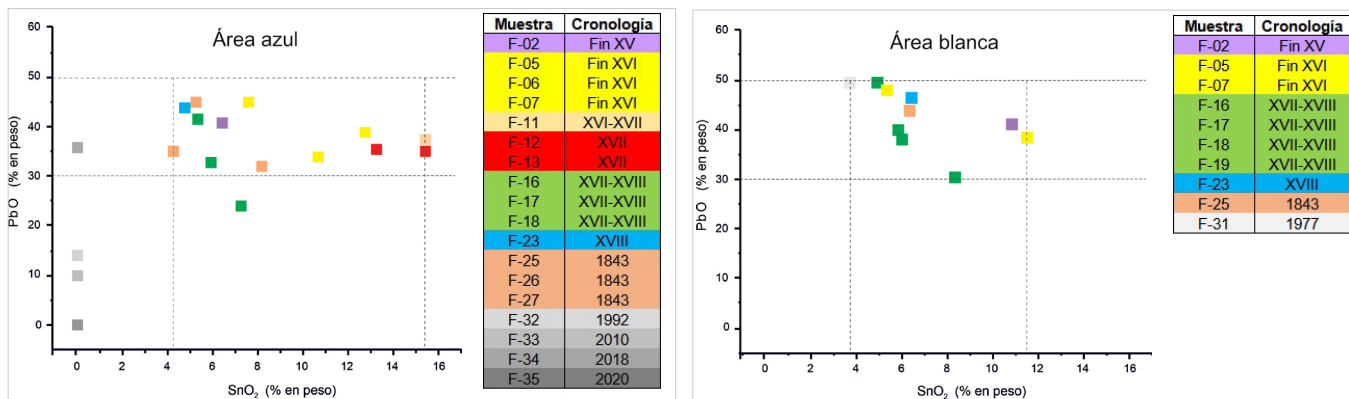


Figura 1. Diagrama binario de la concentración de SnO₂ frente a PbO (% en peso) en vidriados sobre área azul y sobre área blanca

del siglo XX. En muestras de 1992, 2010, 2018 y 2020 no se detecta (figura 1, área azul). Son en estas muestras contemporáneas producidas a finales del siglo XX y en el siglo XXI donde se detecta ZrO₂ (entre 4,2 y 9,4 % en peso), lo que parece indicar que el óxido de estaño se ha sustituido por óxido de zirconio solo desde fechas recientes, ya que una pieza de 1977 todavía contiene SnO₂ (figura 1, área blanca).

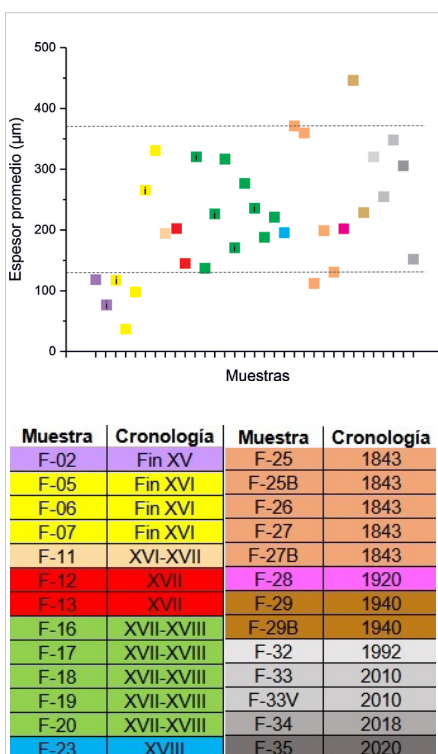


Figura 2. Espesor de los vidriados. Los espesores se han determinado en todos los casos en áreas azules excepto en las muestras con B (áreas blancas) y V (área verde). Las muestras con "i" se refieren a superficie interna

Espesor de los esmaltes o vidriados

El espesor promedio de los esmaltes se muestra en la figura 2 en la que puede observarse que, excepto una de las muestras (F-07), todas las cerámicas pertenecientes al conjunto denominado pre-Fajalauza de los siglos XV y XVI presentan un espesor promedio considerablemente inferior al del resto de los fragmentos estudiados. Esto es, entre aproximadamente 37 y 120 μm en las cerámicas de tipo pre-Fajalauza, frente a un intervalo que se sitúa desde 131 hasta 371 μm en el resto de las cerámicas estudiadas, lo cual significa que los esmaltes de las cerámicas moriscas de tradición nazarí eran en general mucho más finos. En aquellos casos en los que fue posible se calcularon los espesores tanto en las superficies externas como internas y en ningún ejemplo se detectaron diferencias importantes en el espesor de las capas de vidriado entre ambas superficies. Este dato sugiere que el vidriado debía aplicarse a las piezas sumergiéndolas por entero en un baño de esmalte líquido previo a su cocción.

Características de los esmaltes o vidriados

En la figura 3 (p. 51) se muestra el aspecto del vidriado de una de las muestras del conjunto denominado pre-Fajalauza. En la capa de vidriado de aspecto bastante homogéneo se observan burbujas esféricas de tamaño considerable, de entre 80 y 100 μm, así como la presencia de infundidos generalmente de cuarzo con bordes redondeados y sin evidencias de reacción. En la zona de la intercara de contacto entre el cuerpo cerámico y el

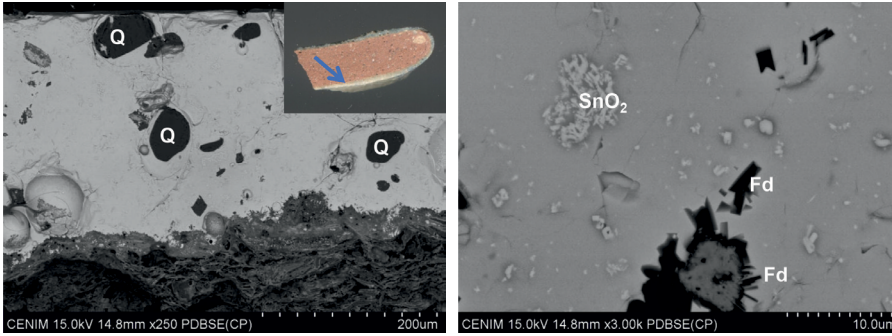


Figura 3. Micrografías de MEBEC de la muestra F-07 (conjunto pre-Fajalauza, fines del s. XVI) y resultados de los microanálisis EDS (% en peso). Fd Feldespato. Q Cuarzo

Zona	Al ₂ O ₃	SiO ₂	K ₂ O	SnO ₂	PbO
SnO ₂	1,3	11,8	---	73,8	13,1
Fd	15,8	69,0	12,5	---	2,7

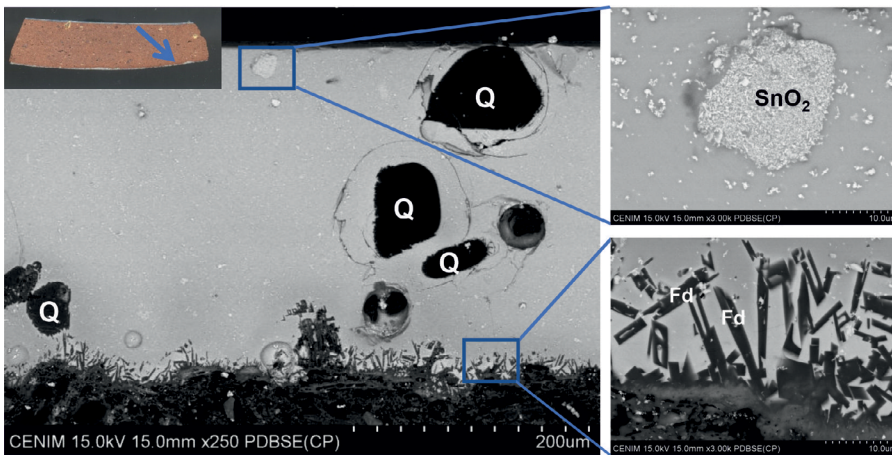


Figura 4. Micrografías de MEBEC de la muestra F-18 (conjunto Fajalauza de los siglos XVII y XVIII) y resultados de los microanálisis EDS (% en peso). Fd Feldespato. Q Cuarzo

Zona	Al ₂ O ₃	SiO ₂	K ₂ O	SnO ₂	PbO
SnO ₂	---	3,5	---	96,5	---
Fd	15,4	65,6	12,8	---	6,2

esmalte puede observarse una pequeña área de reacción en la que se han formado microcristales euhédricos de hábito alargado. La observación del esmalte a mayores aumentos permite identificar microcristales más claros de SnO₂ empleados como opacificante.

Estos microcristales de SnO₂ se muestran a veces formando agregados, lo que podría ser compatible con la adición de granos de casiterita mineral como aporte del óxido de estaño. Los resultados de los microanálisis mediante EDS sugieren que los microcristales euhédricos de hábito alargado podrían ser microcristales de feldespato potásico de tipo sanidina formados por un enfriamiento lento del esmalte aplicado a la cerámica. Este tipo de microcristales se han identificado también en otras cerámicas hispano moriscas de los siglos XIV y XV en los que se detecta la presencia de hasta un 5 % de plomo sustituyendo al potasio en la red de estos feldespatos (Molera et ál. 1993). En la cerámica pre-Fajalauza aquí analizada el porcentaje de PbO en los microcristales de sanidina asciende hasta 2,7 % en peso y el de K₂O a 12,5 % en peso.

El vidriado de una de las muestras del conjunto Fajalauza de los siglos XVII y XVIII se muestra en la figura 4. En este caso la capa de vidriado tiene

mayor espesor, aunque también presenta un aspecto bastante homogéneo. Hay también burbujas esféricas que en general son de menor tamaño (40-50 μm), así como infundidos generalmente de cuarzo, de mayor tamaño que en las muestras del conjunto anterior, en los que se observa reacción en el borde de grano.

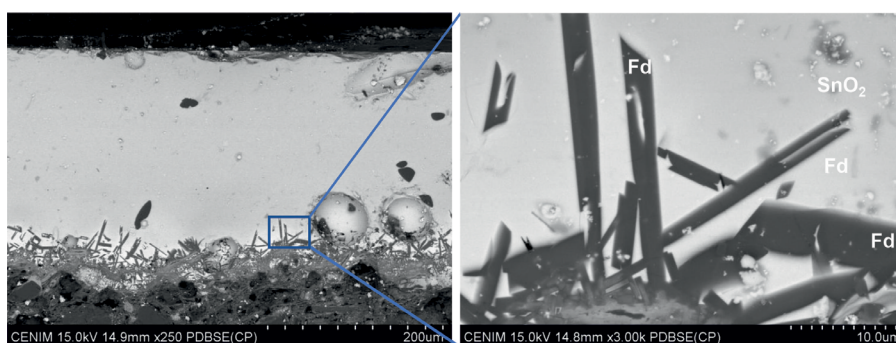
En la intercara de contacto entre el cuerpo cerámico y el esmalte se observa igualmente un área de reacción algo más pronunciada que en la muestra anterior y en la que también se advierten microcristales euhédricos de hábito alargado que pueden ser compatibles con la formación de feldespato potásico de tipo sanidina. En el esmalte a mayores aumentos también se identifican microcristales de opacificante de SnO_2 , tanto sueltos como formando agregados. Estos últimos pueden ser evidencias de la adición de granos de casiterita mineral. En los microanálisis EDS el porcentaje de PbO se sitúa en 6,2 % en peso mientras que el de K_2O es de 12,8 % en peso.

Las muestras de los conjuntos Fajalauza de los siglos XIX y XX son muy similares en su examen mediante MEBEC. Por ello y por razones de espacio solo se exponen las observaciones y resultados de una muestra del siglo XX (figura 5), que sigue el mismo patrón que las cerámicas de siglos anteriores. Es decir, esmalte homogéneo con burbujas esféricas y con presencia de infundidos, en este caso de menor tamaño que en ejemplos anteriores, y microcristales sueltos y a veces agregados de SnO_2 como opacificante. El área de reacción de la intercara de contacto entre el cuerpo cerámico y el esmalte aparece también bastante pronunciada y con la formación de microcristales euhédricos de feldespato potásico de tipo sanidina de mayor tamaño que en casos anteriores, cuyo porcentaje de PbO en los microanálisis EDS se sitúa en 4,9 % en peso frente a 11,8 % en peso de K_2O .

La presencia en el esmalte de las fases casiterita y sanidina se corroboró también mediante DRX a partir de una muestra del esmalte obtenida por raspado, en la que quedan patentes estas fases en relación con las que presenta el cuerpo cerámico (figura 6), en el cual puede estimarse una tempe-

Figura 5. Micrografías de MEBEC de la muestra F-29 (conjunto Fajalauza siglo XX, 1940) y resultados de los microanálisis EDS (% en peso). Fd Feldespato. Q Cuarzo

Zona	Al_2O_3	SiO_2	K_2O	SnO_2	PbO
SnO_2	---	1,8	---	98,2	---
Fd	18,0	65,3	11,8	---	4,9



ratura de cocción equivalente de alrededor de 850-900 °C, como se discutirá después en el siguiente apartado.

Por el contrario, en la figura 7, que se corresponde con el vidriado de un azulejo producido en 2020, se puede observar un esmalte bastante homogéneo, con muy pocas burbujas, sin apenas infundidos y prácticamente sin reacción en la intercara de contacto entre el cuerpo cerámico y el esmalte, ya que al ser un esmalte alcalino resulta menos agresivo para la base cerámica en la que se asienta que un esmalte rico en plomo. Asimismo, se han identificado microcristales de ZrO_2 que se emplea como opacificante, según se ha indicado en el apartado anterior sobre la composición química.

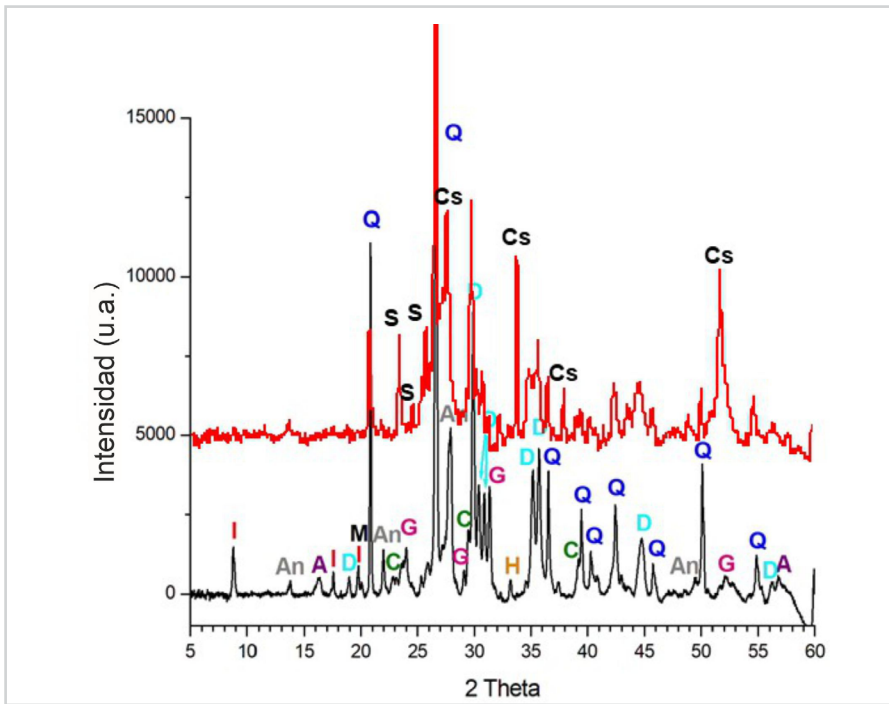


Figura 6. Difractogramas de rayos X de la muestra F-29 (conjunto Fajalauza siglo XX, 1940) obtenidos en el cuerpo cerámico (inferior en negro) y en el esmalte (superior en rojo). (A) Analcima. (An) Anortita. (C) Calcita. (Cs) Casiterita. (D) Dióxido de silicio (piroxeno). (G) Gehlenita. (H) Hematita. (I) Illita. (M) Mica. (S) Sanidina. (Q) Cuarzo

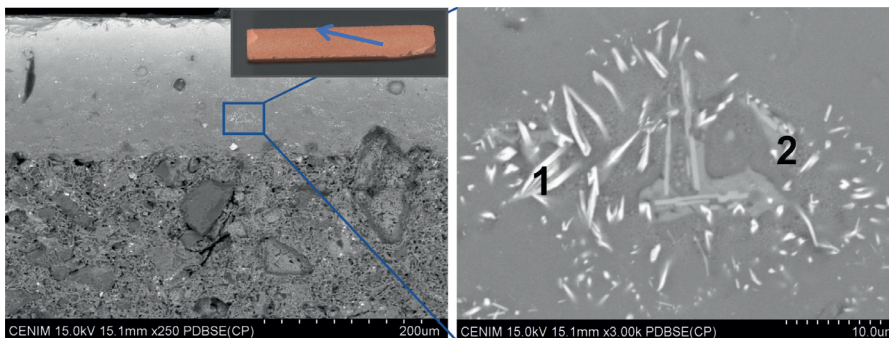


Figura 7. Micrografías de MEBEC de la muestra F-35 (conjunto Fajalauza siglo XXI, 2020) y resultados de los microanálisis EDS (% en peso)

Zona	Al_2O_3	SiO_2	K_2O	CaO	ZnO	ZrO_2
1	3,7	43,8	1,9	3,8	2,6	44,2
2	6,0	47,1	3,2	2,2	2,9	38,6

Características del cuerpo cerámico

En general, el cuerpo cerámico de la mayoría de los fragmentos analizados de los cuatro conjuntos presenta una cocción oxidante bastante homogénea y se ha realizado siempre a partir de arcillas calcáreas, con un porcentaje promedio de CaO de 11,78 % en peso. El conjunto que presenta un porcentaje más elevado de CaO es el de cerámicas pre-Fajalauza (13,0 % en peso) frente a 11,1 % en peso de las cerámicas de los siglos XVII y XVIII, que es el conjunto que tiene una menor concentración de CaO.

En consecuencia, todos los difractogramas obtenidos a partir de los fragmentos de los cuatro conjuntos cerámicos muestran fases térmicamente neoformadas que son comunes en la calcinación de productos cerámicos calcáreos como son gehlenita, diópsido y anortita. Asimismo, en todos ellos, excepto en cerámicas muy recientes del siglo XXI, todavía están presentes reflexiones de illita y filosilicatos, lo que indica temperaturas de cocción equivalente que no habrían sobrepasado los 900-950 °C en la mayoría de los casos habida cuenta de que la illita y filosilicatos no experimentan una deshidroxilación completa hasta temperaturas superiores a 850-900 °C (Rice 2014). La gehlenita es un aluminosilicato de calcio y el diópsido un silicato de calcio y magnesio de la familia de los piroxenos, que se forman a partir de la reacción de CaO, en el caso de la gehlenita, o de CaO y MgO en el caso del diópsido, con los aluminosilicatos de la arcilla a temperaturas superiores a 850 °C. La anortita es también un aluminosilicato que comienza su formación a partir de 850-900° C aproximadamente (Maggetti 1982).

Teniendo en cuenta los datos apuntados y a la vista del difractograma de una de las muestras de cerámica pre-Fajalauza se puede estimar una temperatura de cocción equivalente de entre 800 y 850 °C aproximadamente, dada la presencia de reflexiones de calcita todavía bastante importantes que indican que aún no se ha producido su disociación completa que ocurre por encima de 850 °C, y también dada la presencia de reflexiones de illita y filosilicatos, cuya total deshidroxilación solo ocurre por encima de 900 °C. Por ello en esta muestra solo se detectan fases incipientes de gehlenita, diópsido y anortita. Junto a estas fases se detectan también pequeñas reflexiones de hematita y también de analcima. La hematita se desarrolla a temperaturas superiores a 700 °C en condiciones oxidantes, aunque su cristalización se inhibe considerablemente en entornos ricos en CaO (Maniatis, Simopoulos y Kostikas 1981). Por este motivo no aparece muy desarrollada en esta cerámica. La analcima, por el contrario, es un aluminosilicato de sodio hidratado que se forma habitualmente durante el enterramiento en cerámicas calcáreas cocidas a temperatura elevada (Schwedt et ál. 2006). En esta muestra apenas aparece desarrollada ya que la cerámica no se coció a una muy elevada temperatura. En las imágenes a y b de la figura 8 (p. 55) se muestra un difractograma correspondiente a un fragmento cerámico del siglo XVIII. En

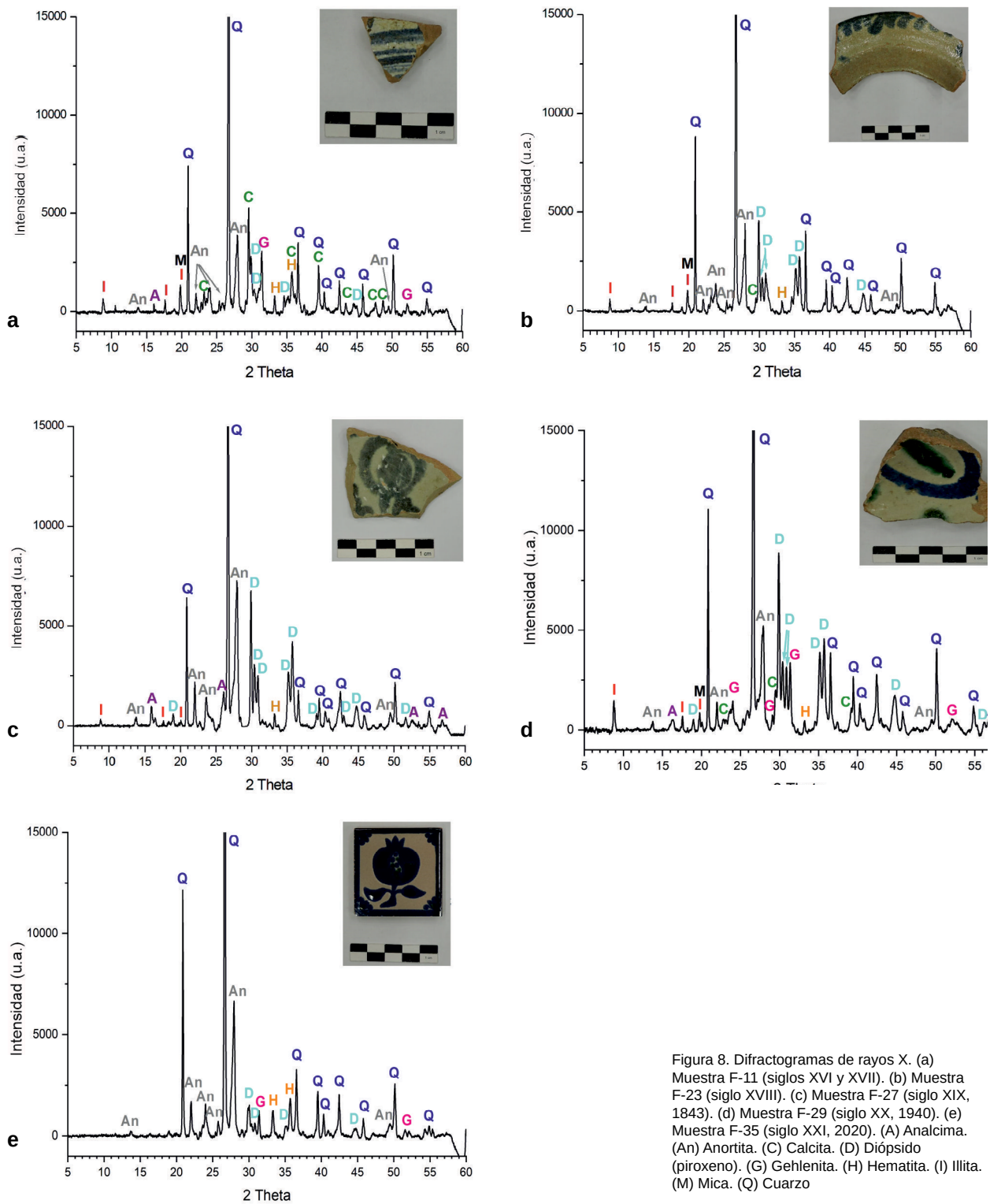


Figura 8. Difractogramas de rayos X. (a) Muestra F-11 (siglos XVI y XVII). (b) Muestra F-23 (siglo XVIII). (c) Muestra F-27 (siglo XIX, 1843). (d) Muestra F-29 (siglo XX, 1940). (e) Muestra F-35 (siglo XXI, 2020). (A) Analcima. (An) Anortita. (C) Calcita. (D) Diópsido (píroxeno). (G) Gehlenita. (H) Hematita. (I) Illita. (M) Mica. (Q) Cuarzo

este caso las reflexiones de las fases anortita y diópsido están un poco más desarrolladas, mientras que no aparecen reflexiones de gehlenita ni apenas de calcita, lo que indica que la temperatura de cocción equivalente podría estar próxima a 900 o 950 °C.

El fragmento de cerámica del siglo XIX (imagen c, figura 8) ofrece un difractograma muy similar al de la muestra anterior (imagen b, figura 8), por lo que podría establecerse una temperatura de cocción equivalente bastante próxima. En esta muestra se detecta, sin embargo, la presencia de la fase de alteración analcima frente a la ausencia de esta fase en la cerámica del siglo XVIII, que debe relacionarse con el distinto contenido de Na₂O que presentan ambos fragmentos y con distintas condiciones de enterramiento. En ambos casos, no obstante, se detecta una pequeña reflexión de hematita que sugiere una escasa cristalización por efecto del entorno rico en CaO.

La imagen d de la figura 8 muestra un difractograma de una cerámica producida en el siglo XX. Junto a las fases térmicamente neoformadas gehlenita, diópsido y anortita, se identifican todavía varias reflexiones de calcita y de illita y filosilicatos, lo cual podría indicar una temperatura de cocción equivalente ligeramente inferior de entre 850 y 900 °C, o bien la persistencia de filosilicatos no deshidroxilados completamente por efecto de este intervalo de temperatura.

Finalmente, el difractograma de un azulejo producido en 2020 se muestra en la imagen e de la figura 8. En este difractograma se detectan las tres fases neoformadas gehlenita, diópsido y anortita. Sin embargo, la que presenta reflexiones más desarrolladas es la anortita frente a gehlenita y diópsido. El aluminosilicato gehlenita se va transformando en anortita si la temperatura se eleva por encima de 1.000 °C y se mantiene constante durante cierto tiempo (Heimann y Maggetti 1981). Este hecho, junto a la ausencia de reflexiones de illita o filosilicatos, podría sugerir una temperatura de cocción equivalente ligeramente superior al resto de cerámicas analizadas que puede estimarse en torno a 1.000 o 1.050 °C.

Consideraciones finales

En una selección representativa de cerámicas de tipo Fajalauza fechadas desde el siglo XV hasta la actualidad se ha constatado que la concentración de SnO₂ en la capa de esmalte o vidriado de estas cerámicas varía considerablemente, en un intervalo de entre 3,8 y 15,4 % en peso. El contenido de SnO₂ además desciende de forma pronunciada a lo largo del tiempo. Mientras que en los siglos XVI y XVII la mayoría de los esmaltes analizados tiene una concentración de SnO₂ superior a 10,0 % en peso, desde el siglo XVIII todos los esmaltes presentan un contenido inferior a esta cantidad. Por el contrario,

en la concentración de PbO no se observa esta tendencia en el tiempo ya que se mantiene más o menos constante en una horquilla que se sitúa entre 24,0 y 49,8 % en peso, con alguna excepción en piezas elaboradas ya en el siglo XXI (por ejemplo, muestras F-33 y F-35) en las que el contenido de PbO va reduciéndose drásticamente por motivos de toxicidad industrial.

En líneas generales, se trata de esmaltes plúmbicos opacificados con SnO₂, que contienen burbujas esféricas a veces de tamaño considerable, que suelen presentar infundidos de cuarzo generalmente sin evidencias de reacción en los bordes de grano y que muestran áreas de reacción en la intercara entre el cuerpo cerámico y el esmalte. En estas áreas se detecta el crecimiento de microcristales euhédricos de feldespatos potásicos de tipo sanidina que son producto de un enfriamiento lento después de la cocción. A partir de estas áreas de reacción entre el cuerpo cerámico y el esmalte, que ponen de manifiesto lo agresivo que puede llegar a ser un esmalte rico en PbO para la base cerámica, se puede inferir un proceso de monococción en el que el esmalte se cuece a la vez que el cuerpo cerámico en un solo proceso de cocción. Desde finales del siglo XVI el espesor de los esmaltes se mantiene constante, entre 131 y 371 μm, y es mucho más grueso que en las de tipo pre-Fajalauza, cuyos esmaltes en general no sobrepasan 120 μm de espesor. El conjunto de todos estos datos indica una clara continuidad tecnológica en las cerámicas producidas a partir de fines del siglo XVI y principios del siglo XVII, que contrasta con las cerámicas denominadas pre-Fajalauza del siglo XV y primera mitad del XVI y que tiene su reflejo histórico en el progresivo abandono de una tradición alfarera nazarí o andalusí por una tradición cerámica cristiana y más moderna que basa su conocimiento tecnológico en aquella más antigua (Rodríguez y Bordes 2001).

El SnO₂ utilizado como opacificante se aportó a partir de casiterita como sugiere la presencia de agregados microcristalinos en el esmalte. La creciente escasez de este metal y su progresivo aumento de precio parecen haber sido las causas de su decreciente concentración en los esmaltes elaborados a partir del siglo XVIII. Este proceso ha desembocado en la actualidad en la sustitución de SnO₂ por ZrO₂, proceso que también se ha constatado analíticamente en los esmaltes de piezas cerámicas contemporáneas desde finales del siglo XX, y que ya apuntaba el alfarero Cecilio Morales de la fábrica de cerámica Fajalauza antes de su fallecimiento en 2022, en una entrevista publicada en noviembre de 2018 (Pozo Felguera 2018). La identificación de ZrO₂ podría convertirse, por lo demás, en un buen indicador para detectar posibles imitaciones de cerámica de Fajalauza teóricamente antiguas que pudieran entrar en mercados de antigüedades.

Agradecimientos

Los autores agradecen muy especialmente a Ángel Rodríguez Aguilera (Gespad Al-Andalus S.L.), Pedro Jiménez y Julio Navarro (Escuela de Estudios Árabes, EEA-CSIC) y Cecilio Madero Morales (Fundación Cerámica Fajalauza) la cesión de muestras para la realización de este estudio. También el apoyo económico de los proyectos HERICARE (Ref. PID2019-104220RB-I00/MCIN/AEI/10.13039/501100011033, Ministerio de Ciencia e Innovación) y TOP Heritage (Ref. S2018/NMT-4372, Comunidad de Madrid). A. Pinilla agradece un contrato de Ayudante de Investigación del programa de Garantía Juvenil de la Comunidad de Madrid (Ref. CAM20-IH-AI-01) y F. Quijada uno de Técnica de Laboratorio del mismo programa (Ref. CAM20-IH-TL-02). Finalmente, los autores también expresan su agradecimiento al apoyo profesional de la Plataforma Temática Interdisciplinar del CSIC Patrimonio Abierto: Investigación y Sociedad (PTI-PAIS).

BIBLIOGRAFÍA

- Cano, C. y Garzón, J.L. (2004) *La cerámica en Granada*. Granada: Diputación Provincial (Colección Los Libros de la Estrella)
- Fortes, F.J., López-Claros, M., Guirado, S. y Laserna, J. (2016) LIBS in cultural heritage: exploration and identification of objects at underwater archaeological sites. *revista PH investigación*, n.º 6, pp. 25-46. Disponible en: <https://www.iaph.es/revistaph/index.php/revistaph/article/view/4064> [Consulta: 09/10/2023]
- Gómez Morón, A., Polvorinos del Río, A.J., Castaing, J. y Pleguezuelo, A. (2016) Ceramics by Niculoso Pisano and quantitative analysis of glazes using portable XRF. *revista PH investigación*, n.º 6, pp. 1-23. Disponible en: <https://www.iaph.es/revistaph/index.php/revistaph/article/view/4063> [Consulta: 25/01/2024]
- Heimann, R.B. y Maggetti, M. (1981) Experiments on simulated burial of calcareous Terra Sigillata (mineralogical change): Preliminary results. En: *Scientific Studies in Ancient Ceramics*. London: British Museum Occasional Paper, n.º 19, pp. 163-177. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/285691108_Experiments_on_simulated_burial_of_calcareous_terra_sigillata_mineralogical_change_Preliminary_results [Consulta: 26/09/2023]
- Maggetti, M. (1982) Phase analysis and its significance for technology and origin. En: *Archaeological Ceramics*. Washington D.C.: Smithsonian Institution Press, pp. 121-133. Disponible en: www.researchgate.net/publication/308308415_Phase_analysis_and_its_significance_for_technology_and_origin [Consulta: 26/09/2023]
- Maniatis, Y., Simopoulos, A., y Kostikas, K. (1981) Mössbauer study of the effect of calcium content on iron oxide transformations in fired clays. *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 64, n.º 5, pp. 263-269. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/227634925_Mossbauer_Study_of_the_Effect_of_Calcium_Content_on_Iron_Oxide_Transformations_in_Fired_Clays [Consulta: 26/09/2023]
- Márquez Rodríguez, J. (2017) *La cerámica granadina entre los siglos XVII y XVIII: el lote cerámico de San Juan de los Reyes, n.º 68-74*. Trabajo Fin de Máster. Granada: Universidad de Granada
- Molera, J., Pradell, T., Martínez-Manent, S. y Vendrell-Saz, M. (1993) The growth of sanidine crystals in the lead of glazes of Hispano-Moresque pottery. *Applied Clay Science*, n.º 7, pp. 483-491. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/229168041_The_Growth_of_Sanidine_Crystals_in_the_Lead_Glaze_of_Hispano_Moresque_Pottery [Consulta: 26/09/2023]
- Navarro Palazón, J., Rodríguez Aguilera, A., y Jiménez Castillo, P. (2017) *Informe preliminar de la actividad arqueológica preventiva en calle San Juan de los Reyes n.º 68-74*. Granada: Escuela de Estudios Árabes, CSIC
- Pozo Felguera, G. (2018) Fajalauza, cinco siglos de la cerámica más granadina. *El Independiente de Granada*, 25 de noviembre de 2018. Disponible en: <https://www.elindependientedegranada.es/cultura/fajalauza-cinco-siglos-ceramica-mas-granadina> [Consulta: 26/09/2023]
- Rice, P.M. (2014) *Pottery Analysis. A Sourcebook*. Chicago: University of Chicago Press, 2nd Edition
- Rodríguez Aguilera, A. y Bordes García, S. (2001) Precedentes de la cerámica granadina moderna: alfareros, centros productores y cerámica. En: *Cerámica Granadina, siglos XVI-XX, Catálogo de la Exposición*. Granada: Caja de Granada, pp. 51-116. Disponible en: <http://www.gespad.com/recursos/publicaciones/publi2.pdf> [Consulta: 26/09/2023]
- Rodríguez Aguilera, A. y Morcillo Matillas, F.J. (2020) Actividad arqueológica preventiva en camino nuevo de San Nicolás n.º 10 esquina c/ María la Miel, Granada. *Anuario Arqueológico de Andalucía 2010*, pp. 1-23. Disponible en: www.juntadeandalucia.es/cultura/tabula/handle/20.500.11947/24244 [Consulta: 27/09/2023]
- Rodríguez Aguilera, A., Morcillo Matillas, F.J., García-Consuegra, J.M. y Rodríguez Aguilera, J. (2010) Excavación arqueológica en dos casas ziríes. Actividad arqueológica preventiva en calle Candiota n.º 6, 8 y 10, Granada. *Anuario Arqueológico de Andalucía 2005*, pp. 1393-1401. Disponible en: www.juntadeandalucia.es/cultura/tabula/handle/20.500.11947/3084 [Consulta: 27/09/2023]
- Rodríguez Aguilera, A., Rodríguez Aguilera, J. y Jódar Hódar, C. (2021) Nuevos datos sobre la muralla de la Medina de Granada en su flanco occidental. Actividad arqueológica preventiva en Bibarrambra 12 B y C, Granada. *Anuario Arqueológico de Andalucía 2019*, pp. 1-31. Disponible en: <https://www.juntadeandalucia.es/cultura/tabula/handle/20.500.11947/29149> [Consulta: 27/09/2023]
- Schwedt, A., Mommsen, H., Zacharias, N. y Buxeda, J. (2006) Analcime crystallization and compositional profile. Comparing approaches to detect postdepositional alterations in archaeological pottery. *Archaeometry*, vol. 48, n.º 2, pp. 237-251