

PUESTA A PUNTO DE ALGUNAS TECNICAS FISICO-QUIMICAS PARA EL ESTUDIO DE CERAMICAS ARQUEOLOGICAS

Ma Nieves Peláez Colilla

Este trabajo forma parte de la tesis doctoral de su autora, que agradece la dirección del mismo a los doctores J. SANCHEZ MESEGUER y S. VICENTE-PEREZ.

INTRODUCCION

Constituye este trabajo el comienzo de una serie sistemática de estudios experimentales, arqueológicos por su finalidad y químicos por su metodología, planificados conjuntamente por los Departamentos de Arqueología y Química Analítica de la Universidad Autónoma de Madrid para el estudio de cerámicas arqueológicas.

Se ha llevado a cabo sobre fragmentos cerámicos procedentes de las excavaciones de Cartagena (Murcia) que ha dirigido el Dr. J. SANCHEZ MESEGUER (1). Se designan estos fragmentos mediante la inicial C ó R (Cortes Cabo o Roca de dicho yacimiento) seguida del número del inventario de la excavación y de otro número arbitrario establecido para este trabajo.

Además de las *observaciones visuales directas*, usuales e imprescindibles en este tipo de estudios, se ponen a punto tres métodos físico-químicos: los dos primeros, *observación microscópica en lámina delgada* y *difracción de rayos X*, permiten profundizar en el conocimiento de la constitución mineralógica de los materiales; el tercero, *espectrografía de emisión*, en el de la composición química elemental. La utilización de estos métodos hace posible mejorar, completar y en algunos casos corregir los resultados obtenidos por observación visual.

A continuación se expone brevemente el fundamento de cada una de las técnicas utilizadas, la metodología adoptada y los resultados globales obtenidos.

Aunque a lo largo de este trabajo se han manejado cuarenta fragmentos cerámicos, se expone solamente el estudio detallado de cinco de ellos: C-124-22, clasificado desde el comienzo como "*lagynoi*"; R-17-36, *ibérico*; C-141-17, que, *dudoso* por observación visual, pasa después al grupo de *ibéricos*; C-138-30, de "*imitación campaniense*"; y C-33-31, *sin identificar*, incluso después de aplicar todos los métodos utilizados en este trabajo.

(1) J. SANCHEZ MESEGUER, "Inventario de la excavación del Anfiteatro romano de Cartagena (1982)", (inédita).

OBSERVACION VISUAL

METODOLOGIA

a) En primer lugar se ha elaborado un *modelo de ficha morfológica individual*, adaptada a las cerámicas en estudio, en la que deben recogerse los resultados de las observaciones efectuadas y en la que se reflejen una serie de "propiedades visibles" características del fragmento que se describe, en cuanto a su *morfología* y a su *acabado-decoración*. (Véase pág. 153).

b) Se fotografían y dibujan (escala 1:1) los fragmentos.

c) Se observan fragmentos, fotografías y dibujos, rellenando con los resultados los apartados de las fichas morfológicas individuales.

d) Se confecciona un estudio de conjunto que se consigna en dos *fichas estadísticas* (con los mismos apartados que las morfológicas), una de las cuales constituye la *clasificación cultural* de los fragmentos y la otra la *clasificación por estratos* de la excavación. Los datos estratigráficos se han tomado de los trabajos realizados por M. ROS SALA (2) y J. PEREZ BALLESTER (3).

RESULTADOS

a) Se presenta en primer lugar la aplicación detallada de la metodología expuesta a los cinco fragmentos seleccionados: véase al respecto los dibujos (Figs. 1 y 2), las fotografías (Fig. 3) y las fichas morfológicas individuales. (págs. 157 a 160).

b) A continuación se expone un resumen de los resultados obtenidos al aplicar la misma metodología a todos los fragmentos estudiados: véanse las fichas estadísticas de clasificación cultural (pág. 161) y por estratos (pág. 162).

-
- (2) M. ROS SALA, "Cerámicas ibéricas pintadas en Cartagena (Murcia)", Tesina de Licenciatura, Facultad de Filosofía y Letras de la Universidad Autónoma de Madrid, 1979.
- (3) J. PEREZ BALLESTER, "Las cerámicas helenísticas de barniz negro de Cartagena", Tesina de Licenciatura, Facultad de Filosofía y Letras de la Universidad Autónoma de Madrid, 1979.

FRAGMENTO Núm. (Lámina núm.)

Fotografía del fragmento

A. MORFOLOGIA

A.1. ELEMENTOS FORMALES

- A.1.1. Borde
- A.1.2. Cuello
- A.1.3. Galbo
- A.1.4. Base
- A.1.5. Pie
- A.1.6. Asa

A.2. TECNICA DE FABRICACION

- A.2.1. A mano
- A.2.2. A torno

A.3. COCCION

- A.3.1. Reductora
- A.3.2. Oxidante
 - A.3.2.1. Regular
 - A.3.2.2. Irregular

A.4. DESGRASANTES

- A.4.1. Finos
- A.4.2. Medios
- A.4.3. Gruesos

A.5. COLOR DE LA PASTA

- A.5.1. Al interior
- A.5.2. Al exterior
- A.5.3. En sección

B. ACABADO-DECORACION

B.1. AL INTERIOR

- B.1.1. Engobado
 - B.1.1.1. Normal
 - B.1.1.2. Vitrificado
- B.1.2. Bruñido
 - B.1.2.1. Uniforme
 - B.1.2.2. A bandas
- B.1.3. Pintado
 - B.1.3.1. Monóchromo
 - B.1.3.2. Bícromo
 - B.1.3.3. Polícromo

B.2. AL EXTERIOR

- B.2.1. Engobado
 - B.2.1.1. Normal
 - B.2.1.2. Vitrificado
- B.2.2. Bruñido
 - B.2.2.1. Uniforme
 - B.2.2.2. A bandas
- B.2.3. Pintado
 - B.2.3.1. Monóchromo
 - B.2.3.2. Bícromo
 - B.2.3.3. Polícromo

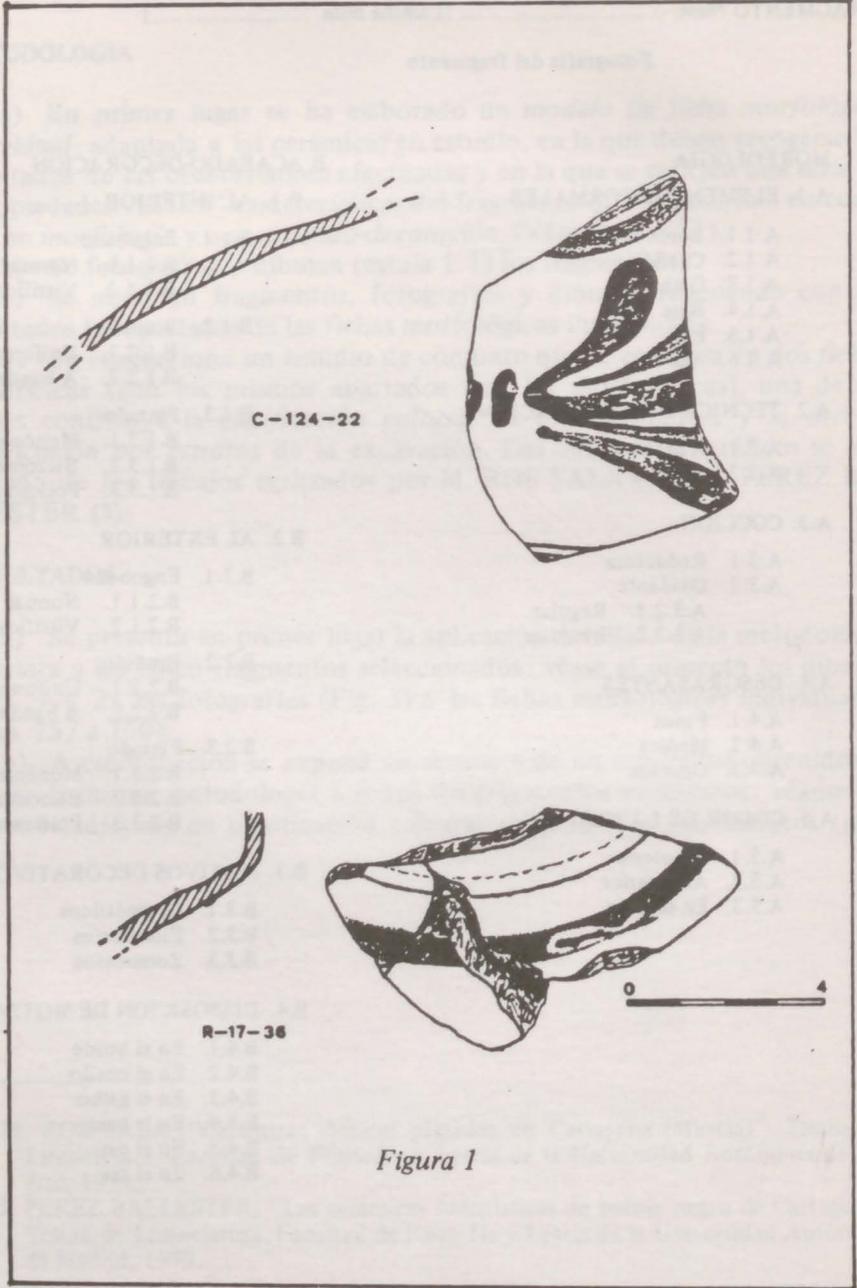
B.3. MOTIVOS DECORATIVOS

- B.3.1. Geométricos
- B.3.2. Fitomorfos
- B.3.3. Zoomorfos

B.4. DISPOSICION DE MOTIVOS

- B.4.1. En el borde
- B.4.2. En el cuello
- B.4.3. En el galbo
- B.4.4. En la base
- B.4.5. En el pie
- B.4.6. En el asa

OBSERVACIONES



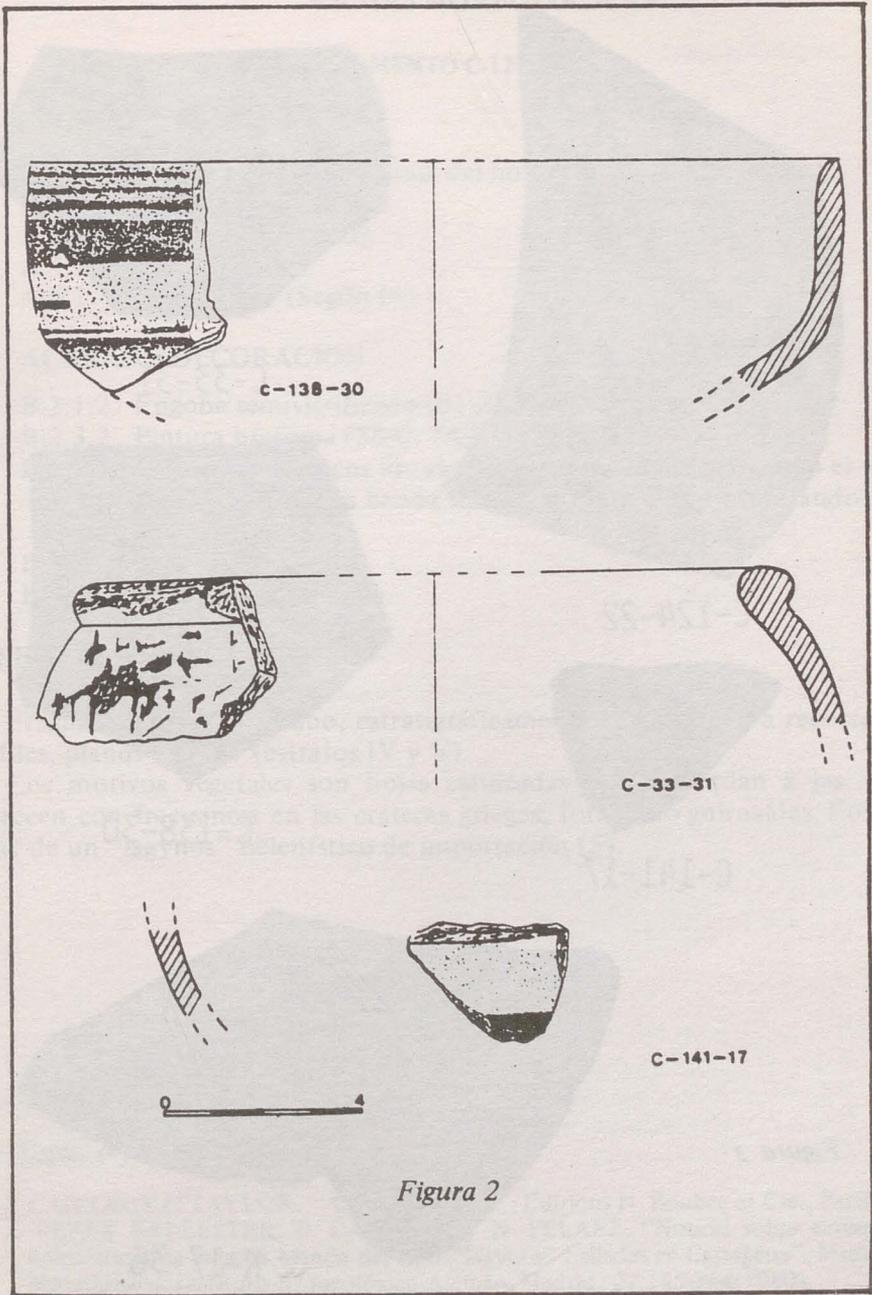


Figura 2

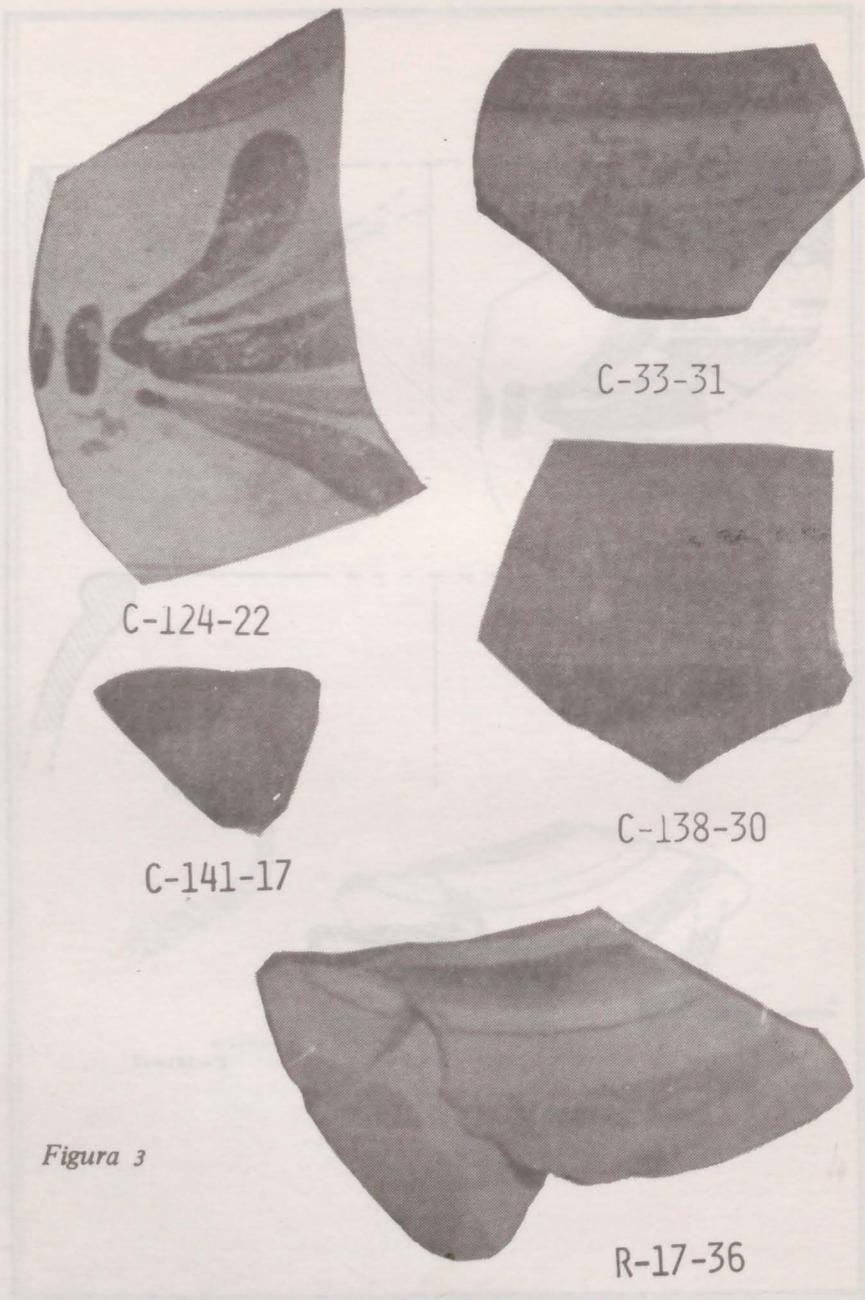


Figura 3

FICHAS MORFOLOGICAS

FRAGMENTO C-124-22

A) MORFOLOGIA

- A.1.3. Fragmento de galbo (zona del hombro e inicio del cuello).
- A.2.2. A torno.
- A.3.2.2. Oxidante irregular.
- A.4.1. Finos (0,1 mm)
- A.5.1. Color (41-D) (Según (4)).

B) ACABADO-DECORACION

- B.2.1.2. Engobe semivitrificado (81-A —blanco—).
- B.2.3.2. Pintura bícroma (58-C; 74-F).
- B.3.1. Motivos geométricos lineales (una banda ancha marcando el inicio del cuello y una banda fina en la parte inferior limitando la zona decorada).
- B.3.2. Motivos vegetales.
- B.4.3. En el galbo u hombro.

OBSERVACIONES:

Fragmento del corte Cabo, estratigráficamente corresponde a recorte de perfiles, planos 15 a 17 (estratos IV y V).

Los motivos vegetales son hojas estilizadas que recuerdan a las que aparecen con frecuencia en las cráteras griegas, formando guirnaldas. Forma parte de un "lagynos" helenístico de importación (5).

(*) Según (4).

(4) A. CAILLEUX, G. TAYLOR, "Code Expolaire", Editions N. Boubée et C^{ie}., París.

(5) J. PEREZ BALLESTER, P. CABRERA y N. PELAEZ, "Noticia sobre cerámicas helenísticas de engobe blanco del tipo "lagynos" halladas en Cartagena", Madrider Mitteilungen, Instituto Arqueológico Alemán, Madrid, 21, 155-164 (1980).

FRAGMENTO R-17-36

A) MORFOLOGIA

- A.1.3. Fragmento de galbo (zona del hombro con cuello incipiente).
- A.2.2. A torno.
- A.3.2.1. Oxidante regular.
- A.4.1. Finos (0,1 mm)
- A.5.1. Color (23-B).

B) ACABADO-DECORACION

- B.2.2.1. Bruñido uniforme.
- B.2.3.2. Pintura bícroma (16-E; 38-D).
- B.3.1. Geométricos lineales (dos bandas horizontales y paralelas).
- B.4.3. En el galbo.

OBSERVACIONES:

Fragmento del corte Roca, pertenece al estrato I. Forma parte de un recipiente "ibérico".

FRAGMENTO C-141-17

A) MORFOLOGIA

- A.1.3. Fragmento de galbo.
- A.2.2. A torno.
- A.3.2.1. Oxidante regular.
- A.4.1. Finos (0,1 mm)
- A.5.3. Color (26-D).

B) ACABADO-DECORACION

- B.1.1.1. Engobe normal (18-E).
- B.2.1.1. Engobe normal (18-E).
- B.2.3.1. Pintura monocroma (21-F).
- B.3.1. Geométrico lineal (una banda horizontal).
- B.4.3. En el galbo.

OBSERVACIONES:

Fragmento del corte Cabo, pertenece a recorte de perfiles, planos 17 a 23. Según la clasificación visual no se incluye en ningún grupo cultural.

FRAGMENTO C-138-30

A) MORFOLOGIA.

- A.1.1. Fragmento de borde.
- A.2.2. A torno.
- A.3.2.1. Oxidante regular.
- A.4.1. Finos (0,1 mm).
- A.5.2. Color (44-B).

B) ACABADO-DECORACION

- B.1.1.1. Engobe normal (24-F).
- B.2.1.1. Engobe normal (24-F).
- B.4.1. En el borde.

OBSERVACIONES:

Fragmento del corte Cabo, pertenece a la mezcla de los estratos X al XII. Dentro de la clasificación visual se le ha designado como "de imitación campaniense".

Es un borde carenado, que se ha podido reconstruir. Su diámetro es de 20 cm.

FRAGMENTO C-33-31

A) MORFOLOGIA.

- A.1.1. Fragmento de borde.
- A.2.2. A torno.
- A.3.2.2. Oxidante irregular.
- A.4.2. Medios (0,3 mm).
- A.5.1. Color (43-D).

B) ACABADO-DECORACION

B.2.1.2. Engobe semivitrificado (81-A -blanco-).

B.4.1. En el borde.

OBSERVACIONES;

Fragmento del corte Cabo, pertenece a la mezcla de los estratos I y II.
Se ha podido reconstruir, $\Phi = 16$ cm.

OBSERVACION MICROSCOPICA EN LAMINA DELGADA

FUNDAMENTO Y ALCANCE (6), (7), (8), (9).

Esta técnica hace posible la *visión* de los fragmentos minerales observables al microscopio con *luz ordinaria o natural (nicoles en paralelo)* y/o con *luz polarizada (nicoles cruzados)*, identificándolos en el primer caso por su forma, color y aspecto general y por los cambios de color que producen algunos minerales al cambiar de orientación (*pleocroísmo*); y en el segundo (examen con luz polarizada), por el fenómeno de la *birrefringencia* que presentan algunos minerales. Estudiando una lámina delgada por los dos procedimientos microscópicos, aumenta el número de conclusiones útiles para dictaminar la constitución mineralógica, por lo que en este trabajo se procede a aplicar ambos sistemas de observación.

También es posible mediante el estudio microscópico reconocer el *estado de alteración de los fragmentos* observados; así puede apreciarse si los bordes son nítidos o están recristalizados, si la masa del fragmento ha sufrido un proceso de reblandecimiento con posterior recristalización, si un mineral aparece recubierto de otro distinto formado en su degradación térmica, etc. Además se puede dictaminar sobre el *aspecto de la matriz* (homogénea o heterogénea); amorfa, semicristalina o cristalina compacta; "oxidada"; pigmentada por óxidos de hierro, etc.).

-
- (6) J. L. LORENTE GUARCH y A. RUEDA ANDRES, "Física General", Universidad Nacional de Educación a Distancia, Madrid (1976).
 - (7) F. W. SEARS, "Fundamentos de Física. III. Óptica", Aguilar, Madrid (1958).
 - (8) F. DONALD BLOSS, "Introducción a los métodos de cristalografía óptica", Omega, Barcelona (1970).
 - (9) P. F. KERR, "Mineralogía óptica" (traducción en castellano), Ediciones del Castillo, Madrid (1965).

Estas observaciones hacen posible conocer con aproximación el *grado de elaboración* (amasado de la pasta) y *de cocción* del material cerámico.

Existe una opinión muy generalizada entre los "científicos experimentales", según la cual la observación microscópica en láminas delgadas es una técnica grosera que apenas puede dar información sobre el material que se estudia. Nuestra experiencia nos conduce a una opinión totalmente distinta en cuanto a cerámicas se refiere: aplicado este método con rigor y detenimiento, proporciona una visión bastante completa del material en su estado actual, así como una visión cualitativa de su grado de elaboración y de cocción; lo que ocurre es que para poder interpretar los fragmentos y, en general, "lo que se ve" al microscopio, es preciso adquirir una gran destreza, que solamente se logra con un concienzudo y prolongado entrenamiento.

Estudiadas sistemáticamente las cerámicas por microscopía se completa el conocimiento proporcionado por la observación visual previa (e indispensable), matizando más las conclusiones y corrigiéndolas, cuando ha lugar, con conocimiento de causa.

METODOLOGIA

La metodología elaborada consta de las fases siguientes:

- Preparación de las láminas delgadas (grosor de unos 0,03 mm).
- Observación microscópica (con luz natural –nicoles paralelos– y polarizada –nicoles cruzados–) de *toda* la lámina delgada, anotando cuidadosamente todas las circunstancias observables.
- Obtención de las fotografías de los sectores o zonas de la lámina delgada que por su aspecto al microscopio presenten mayor interés general o específico.
- Registro de los resultados de las observaciones directas y de las microfotografías en una *ficha petrográfica individual*, preparada al efecto, en la cual se consignan las características de los *fragmentos* minerales observados (denominación, proporción, tamaño, inclusiones que presentan, estado de alteración y formas) y de la *matriz* (composición, proporción y estado de alteración de los fragmentos, color, etc.).
- Conclusiones de la observación microscópica: mundo cultural de que procede la cerámica y subgrupo según el grado de elaboración y de cocción. Este extremo figura en cada ficha petrográfica individual.
- Estudio de conjunto de las conclusiones consignadas en cada una de las fichas petrográficas; este estudio conduce a una clasificación de las cerámicas en estudio en sus mundos culturales y permite completar o modificar las conclusiones obtenidas en las observaciones visuales.

RESULTADOS

a) En las Figs. 4 a 10 se presentan las microfotografías correspondientes a los cinco fragmentos elegidos; y en las págs.172a176 sus fichas petrográficas individuales.

b) Estudiadas todas las muestras de la misma forma se obtuvo como resumen el siguiente

Informe petrográfico general

— No aparece ninguna modificación de clasificación en cuanto a las consideradas del grupo *lagynoi* por las observaciones visuales.

— Dentro de este grupo se nota la distribución en cuatro subgrupos por el grado de elaboración y de cocción, con matriz desde microcristalina poco definida hasta cristalina compacta, color desde gris a rojo, desde poco oxidada y alterada hasta fuertemente oxidada y recristalizada o alterada a medida que aumenta la temperatura de cocción.

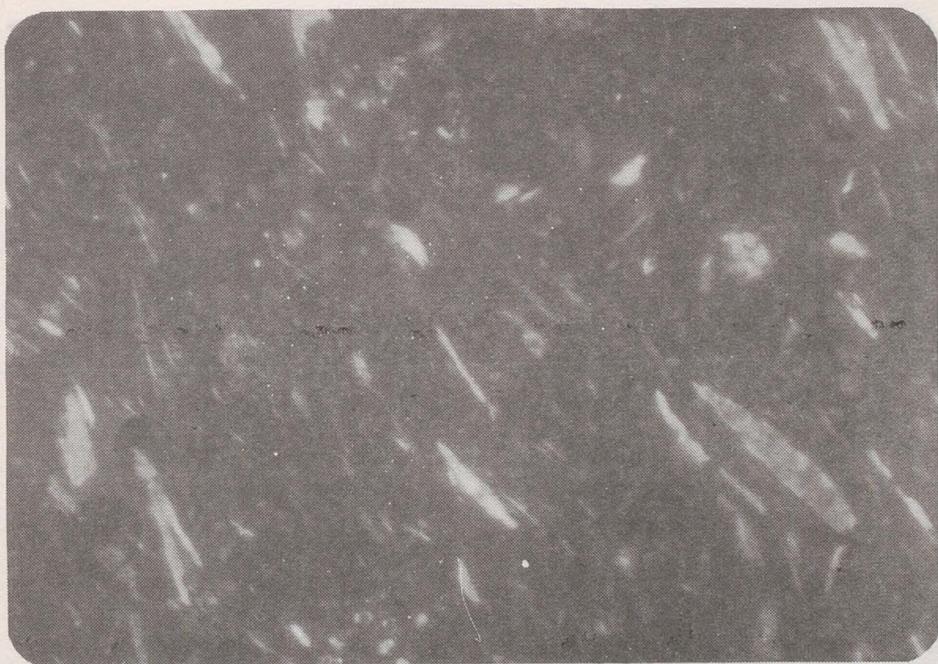
— Aumenta el número de cerámicas ibéricas, que incluye después de este estudio a cuatro fragmentos considerados por el estudio visual como "ibéricos dudosos" (C-114-21, R-32-37, R-34-25 y R-35-35) y otros dos que se consideraban sencillamente "dudosos" (C-138-5 y C-114-21).

— En el grupo de *ibéricas* se aprecia la existencia de cinco subgrupos, teniendo en cuenta los mismos criterios utilizados para el grupo *lagynoi*.

— Se incrementa (respecto a las observaciones visuales) el número de cerámicas clasificadas como de *imitación campaniense* por inclusión del fragmento C-136-38, que visualmente era dudoso.

En este grupo de *imitación campaniense* se percibe la existencia de dos subgrupos; el primero que se corresponde en cuanto a temperatura de cocción con los subgrupos 2 de los grupos anteriores; el segundo se corresponde en cuanto a temperatura de cocción con el subgrupo 3 de los grupos anteriores.

— Puede afirmarse que los dos subgrupos del grupo de *imitación campaniense* proceden de materiales originales distintos: el del subgrupo 2 es más rico en carbonatos y menos en biotitas; también se diferencian en los feldespatos; además, en el subgrupo 2 existen fragmentos de rocas de procedencia volcánica.

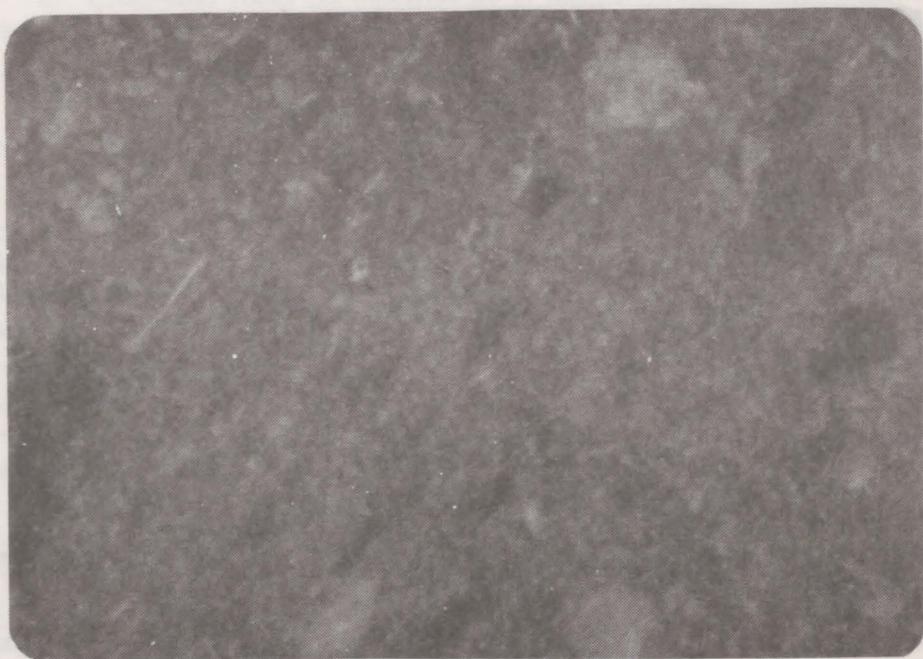


*C-124-22. Nicoles X (12,5 x 16). Escala: 1 cm = 50 μ .
Fragmentos de moscovita y biotita en una matriz semi-cristalina.*

Figura 4

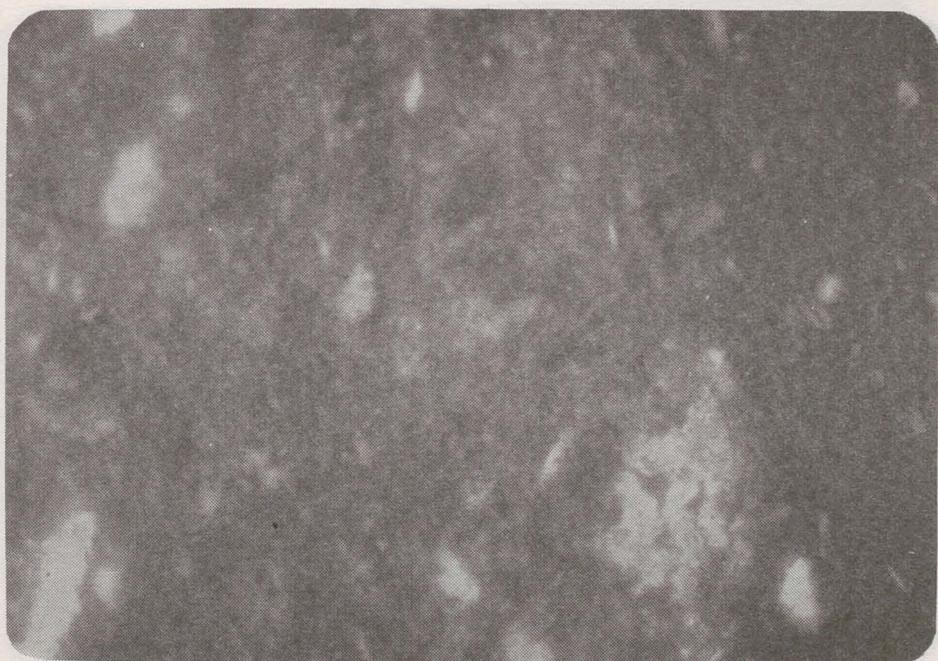
RESULTADOS

a) En las Figs. 4 y 10 se presentan las microfotografías correspondientes a los tipos fragmentos clasificados y en el párrafo 7 las mismas fotos microscópicas correspondientes.



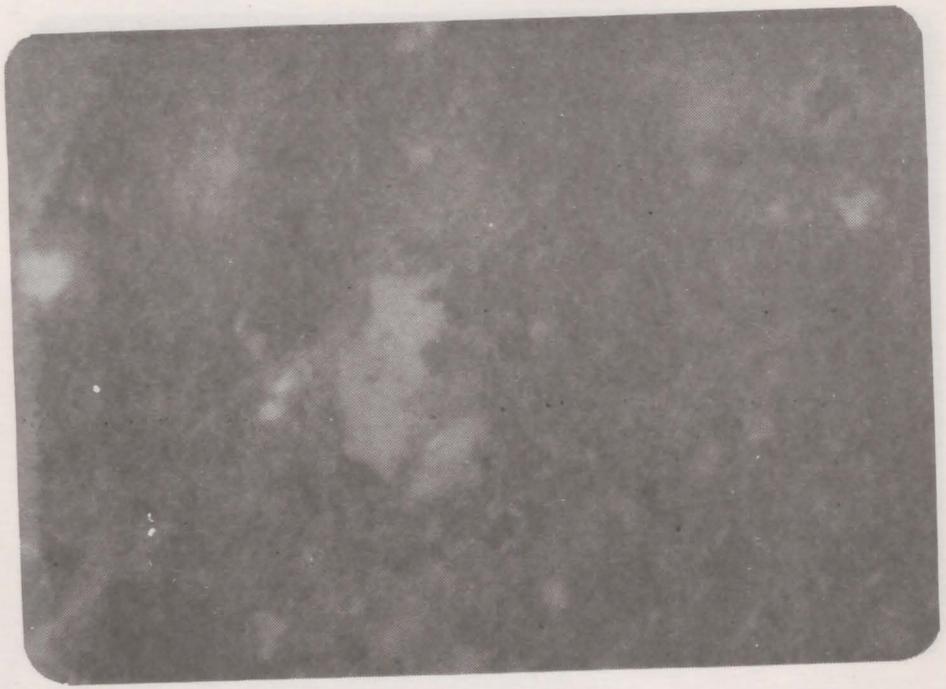
*B-17-36. Nicoles X (12,5 X 16). Escala: 1 cm = 50 μ
Fragmentos de poco tamaño; matriz microgranular y homogénea.*

Figura 5



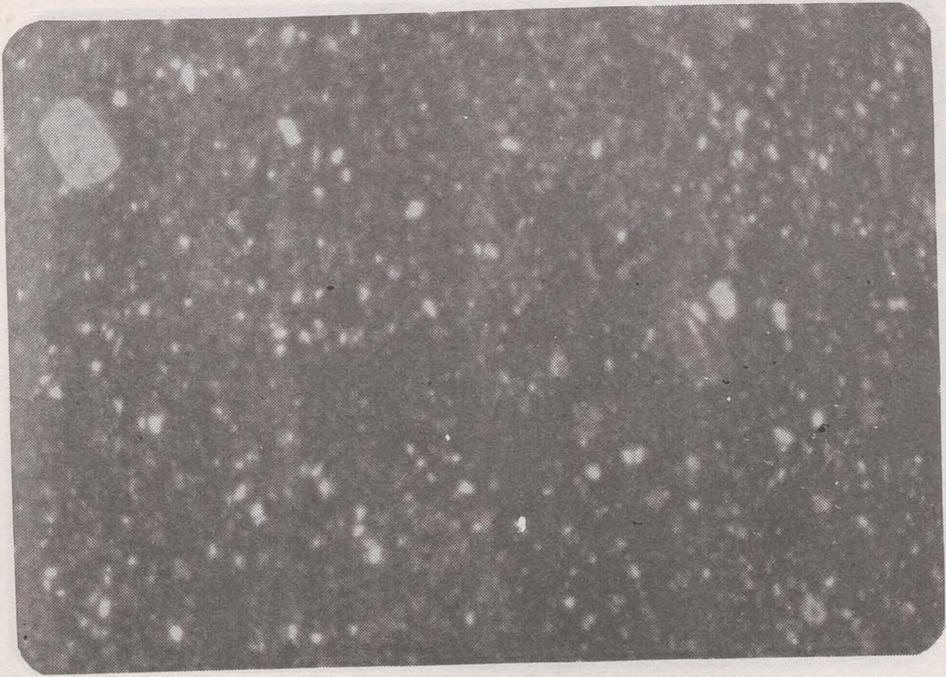
*C-141-17. – Nicoles X (12,5 x 16). Escala: 1 cm = 50 μ
Se observan dos zonas: una de matriz amorfa y otra de
matriz cristalina.*

Figura 6



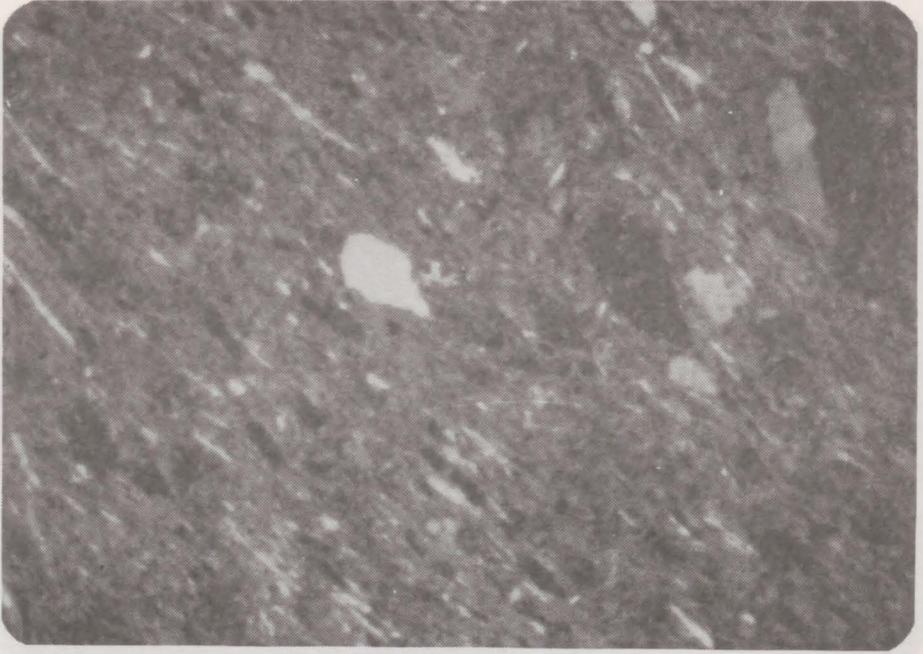
*C-138-30(1). Nicoles X (12,5 x 16). Escala: 1 cm = 50 μ
Presenta una mayor pigmentación originada por una mayor
oxidación de la biotita y de los minerales opacos.*

Figura 7



*C-138-30 (2). – Nicoles X (12,5 x 2,5). Escala: 1 cm = 370 μ
Muestra la diferencia en la granulometría y la relación
fragmentos/matriz.*

Figura 8



*C-33-31 (1).— Nicoles X (12,5 x 16). Escala: 1 cm = 50 μ
Fragmento de cuarzo con inclusiones de minerales opacos
oxidados y biotita oxidada en matriz cristalina de biotita
y cuarzo.*

Figura 9



C-33-31 (2).— Nícoles X (12,5 x 6,3). Escala: 1 cm = 125 μ
Muestra el tamaño de los fragmentos y el de matriz orientada
de cuarzo y biotita.

Figura 10

FICHAS PETROGRAFICAS

FRAGMENTO C-124-22

FRAGMENTOS MINERALES OBSERVADOS

- Cuarzo*: 25%; 150 μ (promedio); inclusiones de *apatito* y *circón*; forma anhedral, bordes ligeramente dentados.
- Calcita*: 5%; 150 μ ; formas esferulíticas con centro de óxidos de hierro.
- Biotita*: 30%; 15 x 200 μ (sección longitudinal) y 230 μ (sección basal); ligeramente oxidados y cloritizados.
- Moscovita*: 5%; cristales de 20 x 170 μ y otros de 25 μ . Algunos cristales se presentan zonados.
- Circón*: además de las inclusiones en cuarzo, pequeños fragmentos de 25 μ .
- Minerales opacos*: 5%; 25-150 μ , ligeramente alterados a *hematítes*.
- Turmalina*: escasos; 30 μ .
- Oxidos de hierro*: *hematítes* como alteración de los minerales opacos y de la biotita.

MATRIZ

Cuarzo (5 μ), biotita (5 – 10 μ , bastoncitos), moscovita, minerales opacos y minerales de la arcilla; algo de sericita.

Semicristalina a amorfa.

Relación matriz/fragmentos 2:1.

CONCLUSIONES

Grupo "lagynoi"

Subgrupo 1.

FRAGMENTO R-17-36

FRAGMENTOS MINERALES OBSERVADOS

- Cuarzo*: 5%; inclusiones de *apatitos*; formas anhedrales con bordes definidos; hay fragmentos más pequeños recristalizados.
- Calcita*: 1%.
- Biotita*: 15%; formas subhedrales ligeramente alterados a *óxidos de hierro*.
- Moscovita*: 10%; cristales más pequeños y más definidos que los de *biotita*, formas anhedrales.
- Feldespatos*: No se observan.
- Minerales opacos*: Escasos.
- Oxidos de hierro*: *hematites* (9%), se observan formas concrecionadas recristalizadas.
- Sericita*: 40%; pequeños cristales abundantes por toda la muestra.

MATRIZ

Cuarzo (20%), óxidos de hierro (*hematites* —muestra homogéneamente pigmentada—), *sericita*.

Microgranular y homogénea.

CONCLUSIONES

Grupo “ibéricas”.

Subgrupo 3.

FRAGMENTO C-141-17

FRAGMENTOS MINERALES OBSERVADOS

Se observan dos zonas diferentes: zona de matriz amorfa y zona de matriz microcristalina.

Zona de matriz amorfa

- Cuarzo*: 30%; fragmentos mayores que en la matriz microcristalina; formas anhedrales con bordes más definidos.
- Calcita*: Escasa.
- Biotita*: 20%. Inclusiones de *circón* con halo radiactivo. Alterada a óxidos de hierro. Láminas flexionadas.
- Moscovita*: No se observa.
- Feldespatos*: *Plagioclasas*.
- Oxidos de hierro*: Pequeña proporción.
- Piroxeno*: 80 μ .
- Zeolita*

Zona de matriz microcristalina

- Cuarzo*: 30%; formas anhedrales con bordes dentados (recristalización); textura en forma de mosaico.
- Calcita*: Escasa pero en mayor proporción que en la zona de matriz aforma.
- Biotita*: Abundante, alterada a óxidos de hierro.
- Dolomita*: En forma de rosetas junto a la calcita.
- Circón*: Cristales color azul intenso junto a la dolomita.

MATRIZ

Amorfa

Cuarzo, óxidos de hierro y minerales de la arcilla. Se observa cierto grado de cristalinidad.

Microcristalina

Cuarzo, calcita, óxidos de hierro, minerales de la arcilla.

CONCLUSIONES

Grupo "ibéricas".

Subgrupo 3.

FRAGMENTO C-138-30

FRAGMENTOS MINERALES OBSERVADOS

- Cuarzo*: 25%; 50 μ ; inclusiones de *apatito*; formas anhedrales con bordes sin alterar.
- Calcita*: 70% respecto a la totalidad de los minerales.
- Biotita*: 40%; 20-180 μ ; algunos alterados a *clorita* y *óxidos de hierro*; algunos maclados. Es el mineral responsable de la pigmentación debido al proceso de oxidación.
- Feldespatos*: *Plagioclasas* (55 μ) en proporción mínima, en fragmentos maclados con bordes ligeramente alterados a *sericita*.
- Oxidos de hierro*: Escasos; 45 μ (tamaño promedio).
- Sericita*: 3%.
- Epídota*: Escasa; 20 μ .
- Serpentina*: En proporción escasa, procedente al parecer del material original (no formada en la cocción).
- Malaquita*: Escasa.

MATRIZ

Cuarzo (3 μ), biotita (5 μ), óxidos de hierro (3 μ). Microcristalina.

CONCLUSIONES

Grupo "imitación campaniense".

Subgrupo 2.

FRAGMENTO C-33-31

FRAGMENTOS MINERALES OBSERVADOS.

- Cuarzo*: 30%; 80-300 μ ; inclusiones de *apatito* y *circón*. Formas anhedrales con bordes de recristalización y textura de mosaico (intensa coacción).
- Calcita*: Poca proporción.
- Biotita*: 50%; fragmentos alargados de 600 μ ; inclusiones de *circón*.
- Moscovita*: 5%; 60 μ .
- Feldespatos*: 5%; *plagioclasa* (120 μ) con macla de albita; *microclina* (250 μ).
- Oxidos de hierro*: En formas oolíticas con centros de cuarzo.
- Turmalina*: 5%; 60 μ .
- Circón*: En fragmentos y como inclusión en cuarzo y biotita.
- Minerales opacos*: Escasos.
- Fragmentos de rocas*: 5%; 150 μ .

MATRIZ

Cuarzo (50 μ); biotita (30 μ); óxidos de hierro y sericita; todos estos minerales están orientados. La matriz presenta estructura microcristalina y entramado homogéneo, con tamaño de grano superior al de todas las demás cerámicas estudiadas.

CONCLUSIONES

Sin incluir en ninguno de los grupos culturales estudiados.

DIFRACCION DE RAYOS X

FUNDAMENTO (7), (10).

La microscopía no da una visión completa del mundo mineralógico que subyace en una cerámica; no todos los minerales presentan propiedades que permitan su visión microscópica, ni sus fragmentos tienen el tamaño mínimo necesario para dejarse observar. Por ello, cuando se requiere o se desea penetrar aún más en el conocimiento de la constitución mineralógica, hay que recurrir a otra técnica "más fina", la *difracción de rayos X*, que "alcanza" no sólo a los grandes cristales sino a los microcristales más pequeños, incluso a los que componen la matriz (homogénea al microscopio). Aunque de mayor alcance o sensibilidad, esta técnica es "menos tangible" que la microscopía: los cristales no se ven, sino que se identifican por sus ángulos de difracción de rayos X. Cada especie mineralógica tiene una estructura, una red cristalina, que le es propia; los ángulos de difracción observados para los rayos X son propios de esa estructura y, por tanto, de las especies cristalinas que los originan; en resumen, leyendo los valores de los ángulos de difracción en el difractograma de la muestra en estudio, pueden deducirse las especies cristalinas que contiene. Sin embargo, esta deducción no es tan simple e inmediata como puede creerse; en algunos casos los valores leídos en el difractograma son *específicos* de una sola especie, pero casi siempre pueden ser *característicos* de varias (o a veces muchas) especies cristalinas y sólo un cuidadoso y largo examen del difractograma completo puede aclarar las dudas. En ocasiones estas dudas se resuelven solamente mediante la aplicación de otra técnica; es frecuente que una técnica más grosera, como es la observación microscópica, sirva de auxiliar a la hora de interpretar un difractograma: cuando se ha visto un mineral al microscopio, evidentemente existe, aunque sus líneas de difracción específicas no aparezcan o lo hagan de forma confusa en el espectrograma de rayos X. La composición elemental observada por espectrografía puede dilucidar también a veces algunas de estas dudas.

Naturalmente, los rayos X no detectan las especies amorfas existentes en el material, sólo permiten observar las cristalinas. En este aspecto la microscopía es una técnica "más potente" que la difracción de rayos X, ya que permite la observación de fragmentos amorfos suficientemente grandes para ser visibles al microscopio y con propiedades ópticas adecuadas.

(10) C. W. BECK, "Archeological Chemistry", American Chemical Society, Washington (1974).

METODOLOGIA

Hablemos brevemente de la metodología de esta técnica.

— Preparación de las muestras.

Las muestras se pulverizan y porfirizan antes de someterlas a la difracción.

— Obtención y registro de los difractogramas en el aparato de rayos X.

— Lecturas de los valores de los ángulos de difracción (2θ) que aparecen en los difractogramas en forma de *picos*, anotando a la derecha de los valores leídos mediante flechas ascendentes (\uparrow) o descendentes (\downarrow) según que la "intensidad del pico" sea grande o pequeña; y asignando a cada pico las especies cristalinas que puedan corresponderle.

Para realizar esta lectura se hace uso de una *clave de identificación* (apéndice), que ha sido elaborada especialmente para este trabajo, en la cual se ordenan los ángulos de difracción por sus valores crecientes y se indican las especies cristalinas a que cada valor 2θ puede corresponder (11), (12), (13), (14).

— Interpretación de la lectura anterior.

Se escriben los nombres de las especies mineralógicas anotados en la etapa anterior poniendo a su derecha los valores de 2θ específicos (subrayados) y característicos que aparecen en el difractograma e indicando su intensidad.

Una vez realizada esta larga y tediosa operación, se procede a *decidir cuáles son las especies presentes*, teniendo en cuenta si aparecen o no sus picos específicos y característicos, qué intensidad presentan en el difractograma, si dichas especies han sido o no observadas microscópicamente, si los elementos químicos que contiene aparecen o no en el espectro de emisión, etc.

— Redacción de un informe mineralógico individual, que recoge las conclusiones definitivas que se deducen en la etapa anterior.

— Después se escribe un resumen de los resultados obtenidos por rayos X para cada uno de los grupos de cerámicas estudiadas y, para que resalten más los resultados, un resumen comparativo conjunto de todos los grupos.

(11) C. S. HURLBUT, "Manual de Mineralogía de Dana". Reverté, Barcelona (1978).

(12) S. CAILLERE y S. HENIN, "Mineralogie des argiles", Masson, Paris (1963).

(13) G. BROWN, "The X-ray Identification and Crystal Structures of Clay Minerals", Mineralogical Society, London (1961).

(14) R. E. GRIM, "Applied Clay Mineralogy", Mc Graw-Hill, New York (1962).

RESULTADOS

a) En la Fig. 6 se presentan los diagramas de difracción de rayos X de los cinco fragmentos, cuyo estudio detallado se consigna en este trabajo; los informes individuales correspondientes se exponen en las páginas 181 a 189.

b) Al aplicar la difracción de rayos X a todos los fragmentos en estudio no se modifica la clasificación anterior y sigue sin clasificar el fragmento C-33-31.

Sin embargo, se aprecian con claridad más diferencias estructurales entre los grupos:

— *Lagynoi*.— Arcillas con trazas de vermiculita e illitas. Feldespatos con albita-anortita. En la fracción micácea no se observan hidrobiotitas. En la fracción "otros silicatos" se aprecia escasez de basaltos; en "otros minerales" siderita muy escasa e inexistencia de rodocrosita.

Ibéricas.— Arcillas conteniendo montmorillonitas. Escasez de albita-anortita en los feldespatos y de hidrobiotitas en las micas. En "otros silicatos" son abundantes el talco, cronstedtita y circón. Y en "otros minerales" boehmita abundante.

— *Imitación campaniense*.— En la fracción arcilla existen caolinita y dickita, abundantes; no se observa danburita en los feldespatos. En las micas no existe moscovita y escasea la flogopita. En "otros silicatos" son escasos los piroxenos, existen indicios de talco y cronstedtita y no se observan circón ni turmalina. En "otros minerales" se observa abundante calcita y pocos óxidos de hierro; están en proporción muy pequeña corindón y espinela.

— *Fragmento sin identificar (C-33-31)*.— Entre las arcillas se observan posibles indicios de sepiolita y paligorskita; entre los feldespatos, posibles indicios de microclina; no existe flogopita en las micas y no se observan basaltos en "otros silicatos".

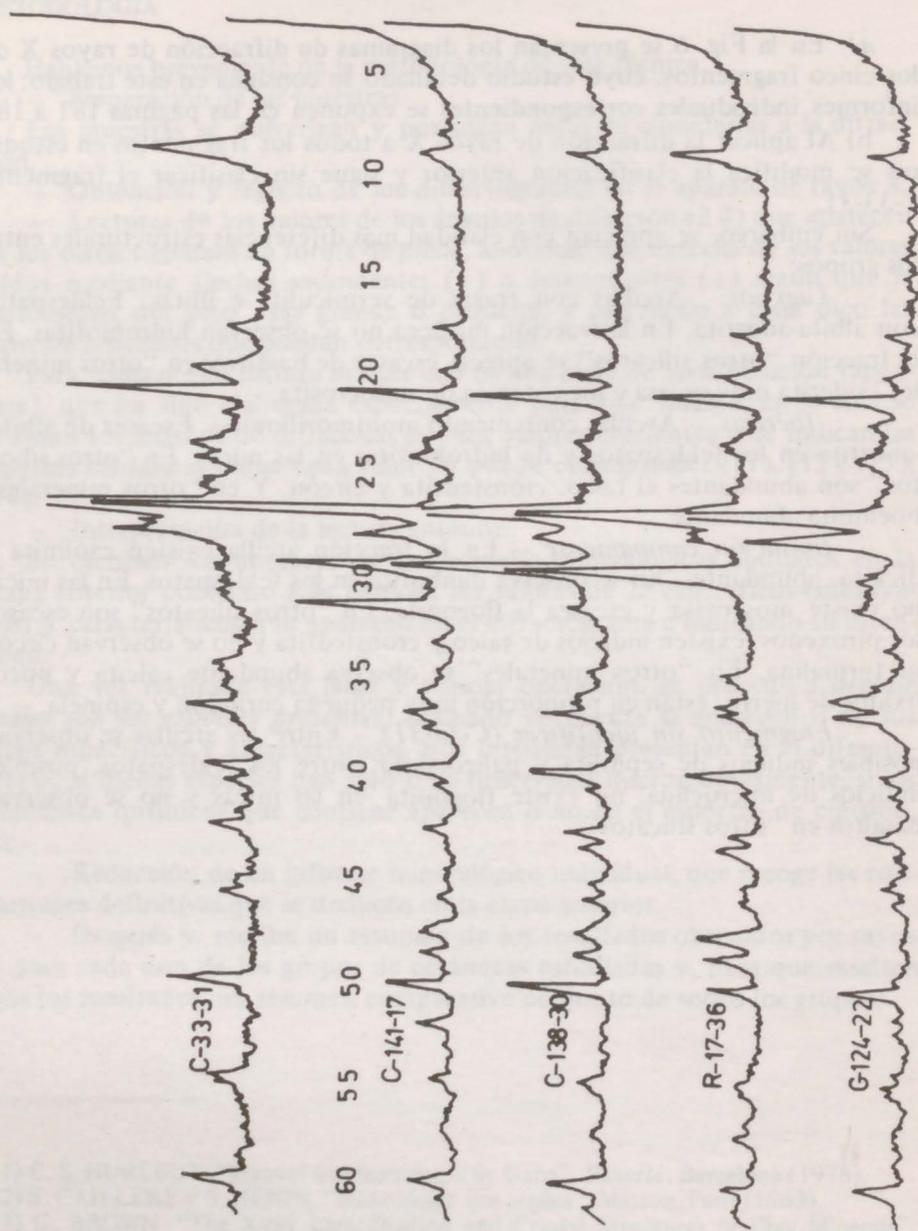


Figura 11

FRAGMENTO C-124-22

RAYOS X.— INFORME

ARCILLAS

La fracción arcillosa está constituida principalmente por *cloritas* (seis líneas específicas, una de ellas intensa, y seis características), parcialmente en forma de *chamosita* (dos líneas específicas débiles y cinco características); y por *caolinita* (cinco líneas específicas, dos de ellas nítidas, y cuatro características).

Existe también una pequeña proporción de *sepiolita* (dos líneas específicas débiles y dos características), *metahalloisita* (dos líneas específicas en el agregado orientado) y *montmorillonita* (dos líneas específicas).

Pueden estar presentes indicios de *vermiculita* (una línea específica en el agregado orientado), *illita* (una línea específica) y *paligorskita* (una línea específica).

FELDESPATOS

La observación microscópica acusa la presencia de *sericita*, que, como es sabido, es un producto de degradación de los feldespatos; los feldespatos residuales se encuentran fundamentalmente en forma de *albita-anortita* (una línea específica intensa y otra nítida, además de tres características); acompañada de muy poca *danburita* (una línea específica débil). Posiblemente existan indicios de *ortosa*.

MICAS

Aparecen líneas características de *biotita* y *moscovita*, en concordancia con la observación microscópica; sin embargo, gran parte de la *biotita* se ha transformado en *hidrobiotitas* (dos líneas específicas, una de ellas bien definida). Aparece también *flogopita*, escasa.

OTROS SILICATOS

En concordancia con la microscopía, aparece una línea característica intensa de *circón* y otra débil de *turmalina*; ambos minerales se encuentran

en pequeña cantidad.

Se observan siete líneas específicas débiles de *zeolitas* (junto a cinco más características) y tres de *piroxenos* (además de otras tres características).

Con una línea específica nítida y dos características se encuentra presente el *olivino* (rocas basálticas) y la *pirofilita* y también se aprecian indicios de *cordierita*, *amesita* y *cronstedtita*. Posiblemente existan indicios de *talco*.

OTROS MINERALES

Se confirman *cuarzo* (tres líneas específicas intensas y una característica intensa) y pequeña cantidad de *calcita* (dos líneas específicas y cinco características) en parte en forma de *aragonito*.

También la de *óxidos de hierro* (Fe_2O_3 , *hidratado*, *magnetita* y *hematites*).

Se observan claramente *apatitos* (tres líneas específicas débiles); además aparecen pequeñas cantidades de *yeso* (una línea específica débil y otra característica), *óxido de aluminio* (una línea específica débil), *lepidocrocita* (dos líneas específicas débiles), *magnesita* (dos líneas específicas débiles), *wolframita* (una línea específica y tres características), *siderita* (dos líneas específicas débiles y tres características), *corindón* (dos líneas específicas débiles) y *bohemitita* (dos líneas específicas débiles). Posiblemente existe *espinela* en ínfima proporción.

FRAGMENTO R-17-36

RAYOS X.— INFORME

ARCILLAS

Los componentes más abundantes de esta fracción son las *cloritas*, en parte en forma de *chamosita*, y las *caolinitas*, quizá acompañadas de *dickita*; en efecto, se observan seis y nueve líneas específicas respectivamente.

Por otra parte se observa una proporción inferior de *montmorillonitas* (tres líneas específicas), *metahloisita* (dos líneas específicas), así como indicios de *paligorskita* y *sepiolita*.

FELDESPATOS

Se observa una cantidad pequeña de feldespatos; probablemente han sufrido una degradación casi total a sericita, observada microscópicamente.

Están compuesto principalmente por *plagioclasas (albita-anortita)*, (una línea específica débil y dos características); aunque quizá contenga algo de *danburita* (cuatro líneas características) y *microclina* (dos líneas características).

MICAS

El difractograma confirma la existencia de *biotita*, en coexistencia con *hidrobiotitas* (dos líneas específicas y cinco características) y de *moscovita* (diez líneas características, algunas muy intensas).

Además existen *micas hidratadas* (seis líneas específicas) y *flogopita* (una línea específica nítida y otra característica).

A pesar de aparecer líneas características de lepidolita, se deduce su ausencia por no contener la muestra litio (espectrografía).

OTROS SILICATOS

Se aprecian claramente en los difractogramas *zeolitas* (ocho líneas específicas y varias características), *amesita* (dos líneas específicas y varias características), *talco* (dos líneas específicas y varias características) y *cronstedtita* (dos líneas específicas y varias características).

También se observan *piroxenos* (una línea específica); componentes de rocas basálticas, *olivino* y *hornblenda* (una línea específica cada uno); aunque no se tiene evidencia de su existencia, pueden existir *circón* (dos líneas características, una de ellas intensa), e indicios de *turmalina* (cuatro líneas características nítidas).

Finalmente, esta muestra se diferencia del resto de su grupo en que presenta una línea específica de *epídota*, mientras que en las demás aparecen sólo líneas características.

OTROS MINERALES

Se observa clarísimamente *cuarzo*, abundante, (cuatro líneas específicas intensas) con *crystalita* (una línea específica nítida y dos características); se confirma *calcita*, escasa (ses líneas características intensas), con *aragonito*

(una línea específica débil y tres características) y posible *dolomita* (una línea característica nítida), así como *óxidos de hierro* (Fe_2O_3 hidratado, *hematites* y posible *maghemita*) y *apatitos* (cuatro líneas características).

Aparecen además *bohemita* (dos líneas específicas, una de ellas intensa), *siderita* (una línea específica débil y tres características), *wolframita* (una línea específica débil y otra característica), *corindón* (una línea específica débil y otra característica), *ilmenita* (una línea específica débil y otra característica) *magnesita* (una línea específica débil y cinco características), *goethita* (una línea específica débil y otra característica), *espinela* (una línea específica nítida y otra característica), *diáspora* (una línea específica nítida y otra característica).

Posiblemente exista *malaquita* y *rodocrosita* a nivel de indicios.

FRAGMENTO C-141-17

RAYOS X.— INFORME

ARCILLAS

Se observan *cloritas*, en parte como *chamosita*: cuatro líneas específicas, una de ellas muy nítida, y varias características.

También aparecen *montmorillonitas*¹ (tres líneas específicas), *caolinita* con posible *dickita* (dos líneas específicas y muchas características), cantidades más pequeñas de *sepiolita* (una línea específica débil).

Puede haber indicios de *paligorskita* y de *metahalloisita* (muchas líneas características, algunas mejor definidas en el agregado orientado).

FELDESPATOS

En la fracción feldespática (escasa) se observa *albita-anortita* (una línea específica débil y otra característica definida) y *microclina* (dos líneas específicas).

MICAS

Se confirma por rayos X la existencia de *biotita* (cuatro líneas características intensas) y de *moscovita* (una línea específica y nueve características,

cinco de ellas intensas).

Se aprecian *micas hidratadas* (dos líneas específicas nítidas).

No se descarta la presencia de *flogopita* (una línea característica bastante intensa).

En cambio se descarta la lepidolita: la muestra no contiene litio (espectrografía).

OTROS SILICATOS

Los difractogramas confirman la existencia de pequeña proporción de *zeolitas* (ocho líneas específicas y varias características) y de *piroxenos* (tres líneas específicas, dos de ellas nítidas) y no se oponen a la de indicios de *circón* (una línea característica intensa).

Además revelan la presencia de *amesita* (una línea específica débil y nueve características), *cronstedtita* (dos líneas específicas nítidas y dos características) y *olivino* (una línea específica intensa y una línea característica), quizá acompañado de *augita* (basaltos).

Posiblemente están presentes también *talco* (una línea característica intensa) y *turmalina* (dos líneas características nítidas).

OTROS MINERALES

Se confirma el *cuarzo*, abundante, (cuatro líneas específicas intensas), con posible indicios de *crystalita* (una línea característica intensa); la escasez de *calcita* (seis líneas características, cinco intensas y una nítida), acompañada por *dolomita* (una línea específica débil y otra característica nítida) y *aragonito* (una línea específica nítida y tres características intensas); y la presencia de *óxidos de hierro* (*Fe₂O₃ hidratado*, *magnetita*, *maghemita* y *hematites*).

Se observan también *boehmita* (dos líneas específicas bien definidas), *siderita* (una línea específica nítida y otra característica intensa), *corindón* (una línea específica débil y otra característica nítida), *rodocrosita* (una línea específica débil y otra nítida), *ilmenita* (una línea específica débil y dos características), *goethita* (una línea específica débil y dos características), *lepidocrocita* (una línea específica débil), *espinela* (dos líneas específicas), *diáspora* (una línea específica y dos características).

Pueden existir en pequenísimas proporciones *malaquita* y *magnesita*.

FRAGMENTO C-138-30

RAYOS X.— INFORME

ARCILLAS

Están constituidas fundamentalmente por *caolinita* con algo de *dickita*: dos líneas específicas intensas, una línea específica definida y otra débil.

Además existe *clorita*, quizá parcialmente como *chamosita* (dos líneas específicas bien definidas) y *metahalloisita* (una línea específica débil y otra característica).

Probablemente están presentes indicios de *montmorillonita* (una línea específica más intensa en el difractograma del agregado orientado), *vermiculita* (una línea específica ddefinida) y *sepiolita* (una línea característica nítida y otra débil).

FELDESPATOS

Están en proporción escasa (dos líneas específicas definidas), principalmente en forma de *albita-anortita* (una línea intensa, otra bien definida y dos débiles). Puede existir también algo de *danburita* (una línea intensa y otra débil).

MICAS

En la fracción micácea aparece una elevada proporción de *biotita*: tres líneas intensas, las dos primeras prácticamente específicas al considerarse que no existe *illita* entre los minerales de la arcilla, y la tercera común con la *caolinita*; además aparecen otras dos líneas débiles. Asimismo se observan *hidrobiotitas*.

También existe *moscovita*: una línea intensa específica por no haber *illita*, otra línea intensa prácticamente específica y otra tercera también intensa, sólo interferida por la *siderita* (que, como después se indica, sólo puede estar en escasísima proporción); además se observan otras tres líneas débiles.

La primera de estas líneas intensas podría atribuirse a *lepidolita*, pero se desecha esta idea, al no acusarse espectrográficamente presencia de litio.

OTROS SILICATOS

El difractograma de rayos X no contradice la presencia de escasa cantidad de *serpentina*, en forma de *antigórta* y/o *crisotilo*, observado microscópicamente; en efecto, aparecen dos líneas características.

Además, la presencia de *serpentina*, junto a la de *vermiculita*, ya consignada, explica la existencia de níquel, observada por espectrografía.

Se aprecia la existencia de *piroxenos* (tres líneas específicas débiles, una característica definida y tres más débiles), *zeolitas* (dos líneas específicas, una bien definida y otra débil, y otras cinco líneas características) y *amesita* (dos líneas específicas, una de ellas bien definida y la otra débil, además de otras cuatro líneas características).

También, por aparecer en cada caso una línea específica débil, puede admitirse la presencia de pequeñas cantidades de *pirofilita*, *mullita*, *cordierita* y *olivino* —componente de las rocas basálticas— (en este caso la línea específica es fuerte en el difractograma normal y débil en el del agregado orientado).

Posiblemente existen además indicios de *talco* y *cronstedtita*.

OTROS MINERLAES

Microscópicamente se ha observado *malaquita*; en los difractogramas aparecen tres líneas características, una de ellas intensa y las otras dos bien definidas. Estos hechos y la observación espectrográfica de cobre confirman la existencia de *malaquita*.

No ofrece ninguna dificultad la identificación de *cuarzo*, acompañado de algo de *crystalita*, (cuatro líneas específicas intensas) y de *calcita* (cinco líneas específicas intensas); la *calcita* va acompañada de *aragonito* (dos líneas específicas débiles y dos intensas características).

Cuatro líneas específicas débiles y dos características identifican al *apatito*.

Con dos líneas específicas se observan *espinela*, *corindón* y *diáspora*.

La presencia de *espinela* justifica la de *romo* observada por espectrografía.

Finalmente se observan cantidades pequeñas de *goethita*, *magnesita*, *rodocrosita*, *bayerita* y *siderita*, así como *óxidos de hierro*.

FRAGMENTO C-33-31

RAYOS X.— INFORME

ARCILLAS

Montmorillonita: una línea específica definida en una zona sin interferencias.

Clorita (parte en forma de *chamosita*): dos líneas específicas definidas.

Metahalloisita: una línea débil en el difractograma de la muestra total; se intensifica en el difractograma del agregado orientado.

Caolinita: aparecen muchas líneas achacables a esta arcilla; aunque no son específicas, aparecen mucho más intensas en el difractograma del agregado orientado. Probablemente algo de caolinita está en forma de *dickita*.

Sepiolita: es posible que exista como indicios (varias líneas sólo en el difractograma del agregado orientado); esto explicaría la presencia de indicios de níquel, revelada por espectrografía.

Paligorskita: cantidad insignificante, sólo aparece una línea débil en el difractograma del agregado orientado.

En resumen: escasa proporción de minerales de la arcilla, destruidos en la cocción, constituida principalmente por *clorita* (en parte en forma de *chamosita*), *caolinita* (en parte como *diekita*), escasa *montmorillonita* e indicios de *sepiolita* y *paligorskita*.

FELDESPATOS

Los rayos X confirman la existencia de feldespatos entre los que se aprecian con claridad la *albita-anortita* y la *microclina* (ésta en menor proporción): aparecen cuatro líneas específicas de feldespatos (tres de ellas muy definidas); dos líneas específicas de *albita-anortita*, de intensidad normal; y dos líneas de *microclina* (una de ellas bien definida).

Es posible que existan también indicios de *danburita*: dos líneas poco intensas, una de ellas específica, al no existir wolframita (ausencia espectrográfica de wolframio).

MICAS

En la fracción micácea se confirma la presencia de *biotita* (líneas definidas y tres débiles) y de una cantidad inferior de *moscovita* (abundantes

líneas, algunas bien definidas), en parte como *sericita*.

Por observación microscópica se observó *sericita*, que es moscovita alterada, aunque también puede proceder de la alteración de feldespatos.

OTROS SILICATOS

Se confirma la presencia de *circón* en pequeña cantidad (dos líneas débiles) y de *turmalina* (una línea bien definida y otra débil).

Además se observa la existencia de *zeolitas* (ocho líneas específicas débiles) en escasa proporción, así como de *cordierita* (dos líneas específicas débiles), *amesita* (tres líneas específicas, una de ellas bien desarrollada), *piroxenos* (dos líneas específicas, una bien desarrollada) y *pirofilita* (una línea específica intensa y cinco características).

OTROS MINERALES

Se confirma la presencia de *óxidos de hierro*, escasa proporción de *calcita*, acompañada por *aragonito* y por algo de *dolomita*, abundante *cuarzo* y muy pequeña cantidad de *apatito*.

Además se ponen de manifiesto *yesso* en pequeña cantidad (dos líneas específicas débiles), *boehmita* (cuatro líneas específicas, una de ellas de intensidad normal), posible *malaquita* (una línea específica normal y dos líneas débiles), *corindón* (dos líneas específicas, una de ellas intensa).

Hay además *lepidocrocita* (una línea específica nítida, *siderita* (dos líneas específicas y dos características) y cantidad muy pequeña de *magnesita*, *espinela* y *rodocrosita*.

ESPECTROGRAFIA DE EMISION

FUNDAMENTO (15, (16), (17), (18).

La última técnica utilizada en este trabajo es la *espectrografía de emisión* como medio de observar qué elementos químicos están presentes en la cerámica. Obsérvese que la composición elemental, cuyo conocimiento proporciona la espectrografía, no sufre transformaciones a lo largo del tiempo, ni aún en el proceso de cocción; todo elemento químico presente en la pasta inicial permanecerá en el producto terminado formando parte de la misma especie química, si ésta es inalterable al calor, o de otra surgida por descomposición térmica o por reacciones de las especies químicas originales. En esta técnica se recogen sobre una placa fotográfica las radiaciones producidas por los átomos de la muestra cuando se someten a una excitación energética mediante una chispa eléctrica de alto voltaje; comparando el conjunto de estas radiaciones o *espectro de emisión* con un espectro patrón, en el que se indican los elementos químicos que corresponden a cada una de las radiaciones, se deduce la composición cualitativa del material que se estudia; evaluando de forma comparativa el ennegrecimiento de las líneas observadas se puede añadir a la información anterior un aspecto cuantitativo grosero, indicando si el elemento en cuestión es escaso o se encuentra a nivel de indicios o trazas.

Nótese que al estudiar una serie de cerámicas espectrográficamente encontraremos siempre una serie de elementos propios de este tipo de materiales (aluminio, calcio, silicio, etc.); en realidad la presencia de estos elementos es conocida de antemano y, al repetirse en todas las muestras, carece de valor interpretativo. Pero, al lado de esos elementos mayoritarios y permanentes se observan otros, que generalmente se encuentran a nivel de *trazas* o de *débiles trazas*; y son estos elementos los que permiten distinguir unas cerámicas de otras. En general, cuando dos cerámicas presentan la misma composición elemental, puede pensarse que se manufacturaron con materiales originales análogos.

-
- (15) W. F. PICKERING, "Química Analítica moderna", Reverté, Barcelona (1976).
(16) H. H. WILLARD, L. L. MERRIT y J. A. DEAN, "Métodos instrumentales de análisis", Edit. Continental, Mexico, Barcelona (1967).
(17) P. DELAHAY, "Análisis instrumental", Paraninfo, Madrid (1967).
(18) G. W. EWING, "Instrumental Methods of Chemical Analysis", Mc Graw-Hill, New York (1960).

COMPOSICION ELEMENTAL. (ESPECTROGRAFIA)

C-124-22: (raguosa)	Al B <u>Be</u> Ca	Co Cr	Fe Ga <u>Ir</u> K <u>Li</u> <u>Lu</u> <u>Mg</u> <u>Mn</u> <u>Mo</u> <u>Na</u> <u>Ni</u> <u>Os</u> <u>P</u> <u>Pb</u> <u>Sb</u> <u>Si</u> <u>Sn</u> <u>Sr</u> <u>Th</u> <u>Ti</u> <u>U</u> <u>V</u> <u>W</u> <u>Y</u> <u>Zn</u> <u>Zr</u>
R-17-36 : (libélica)	Ag <u>Al</u> B <u>Be</u> Ca	Cr Cu Fe Ga <u>Ir</u> K	<u>Sr</u> <u>Th</u> <u>Ti</u> <u>U</u> <u>V</u> <u>W</u> <u>Y</u> <u>Zn</u> <u>Zr</u>
C-141-17: <u>Ag</u> (dudosa que pasa a libé- lica)	<u>Al</u> B <u>Be</u> Ca	Cr Cu Fe Ga <u>Ir</u> K	<u>Sr</u> <u>Th</u> <u>Ti</u> <u>U</u> <u>V</u> <u>W</u> <u>Y</u> <u>Zn</u> <u>Zr</u>
C-138-30: (omitación companiense)	Al B Ca Cd	Cr Cu Fe Ga <u>Ir</u> K	<u>Sr</u> <u>Th</u> <u>Ti</u> <u>U</u> <u>V</u> <u>W</u> <u>Y</u> <u>Zn</u> <u>Zr</u>
C-33-31 : (sin iden- tificar)	Al B Ca	Cr Cu Fe <u>Ir</u> K	<u>Sr</u> <u>Th</u> <u>Ti</u> <u>U</u> <u>V</u> <u>W</u> <u>Y</u> <u>Zn</u> <u>Zr</u>

NOTA.- = significa débiles trazas
— significa trazas o indicios

METODOLOGIA

Las etapas del método son tres:

- Obtención y registro fotográfico del espectro de emisión de cada muestra.
- Lectura de la composición utilizando el espectro patrón que acompaña al aparato y procurando indicar cuando el elemento detectado se encuentra a nivel de trazas (subrayado sencillo) o de débiles trazas (subrayado doble).
- Interpretación de los resultados tratando de establecer las analogías y diferencias de composición entre las muestras estudiadas.

RESULTADOS

a) En la página 191, se consignan los resultados del análisis espectrográfico de las cinco muestras seleccionadas como modelo.

b) El estudio de los espectros de emisión de todas las muestras objeto de este trabajo permite llegar a las siguientes conclusiones:

- *Lagynoi*.— No contienen plata ni cobre; contienen, en cambio, cobalto, litio y estaño a nivel de trazas.
- *Ibéricas*.— Contienen pequeña proporción de plata y cantidades mayores de cobre; pero no cobalto ni litio.

Dentro de este grupo, el fragmento R-33-33 se diferencia notablemente de los demás en su composición espectrográfica. A esta conclusión se ha llegado también por todas las técnicas anteriores.

- *Imitación campaniense*.— No contienen plata, cobalto, estaño ni circonio, hecho que las diferencia de los demás grupos. En cambio, contienen cadmio en pequeña proporción.

- *Fragmento sin identificar (C-33-31)*.— Presenta una composición elemental muy diferente del resto de los fragmentos estudiados.

- La presencia de plata en las cerámicas ibéricas es seguramente achacable a las arcillas de la zona de Cartagena, que probablemente han sido utilizadas para su fabricación. En dicha zona abundan las galenas, casi siempre argentíferas, que impregnan posiblemente los yacimientos de arcillas.

CONCLUSIONES

1º) Se ha puesto a punto una metodología sistemática para el estudio de cerámicas arqueológicas mediante observación visual, estudio microscópico en lámina delgada, difracción de rayos X y espectrografía de emisión.

2º) Es importante realizar el estudio utilizando sucesivamente las técnicas citadas en el mismo orden en que se indican.

3º) La observación visual sigue manteniendo la importancia que tradicionalmente se le viene concediendo en este tipo de estudios, ya que permite clasificar en principio el material arqueológico.

No obstante, el empleo de un conjunto de técnicas procedentes del campo de las ciencias experimentales resulta fundamental al arqueólogo cuando éste quiere dar la máxima objetividad a sus formulaciones de carácter cultural, tecnológico y cronológico.

4º) La observación microscópica en lámina delgada, realizada con meticulosidad, se ha revelado, a pesar de su simplicidad experimental, como una técnica de gran alcance en este tipo de estudios: permite llevar a cabo una clasificación, prácticamente definitiva en muchos casos, de los fragmentos cerámicos, resolviendo las incertidumbres que persisten después de la observación visual.

5º) La difracción de rayos X completa la información mineralógica que proporciona la técnica anterior y permite matizar aún más sobre el grado de elaboración y cocción de los materiales.

6º) La espectrografía de emisión proporciona una visión de la composición química elemental de la cerámica, hecho que permite apreciar diferencias en el origen o procedencia de los materiales utilizados como materia prima.

7º) Tras el examen visual directo se deduce:

Tecnológicamente hablando, la textura de la pasta es similar en todos los fragmentos estudiados. El color está en función del tipo de cocción empleado (generalmente a elevada temperatura) y de la atmósfera en que ésta se verifica. Engobes simples o semivitrificados recubren la mayoría de los fragmentos y varios de ellos ofrecen además una ornamentación pictórica.

8º) Como resultado del estudio petrográfico se puede concluir que los lagynoi fueron cocidos por lo general a altas temperaturas, predominando los de cuidada elaboración.

Las cerámicas ibéricas han sufrido, por lo general, una prolongada elaboración o "amasado" y fueron cocidas a temperaturas elevadas.

Las cerámicas de imitación campaniense contienen mayor riqueza de formas de carbonato cálcico que las ibéricas o los lagynoi y fundamentalmente calcitas fósiles y oolíticas, lo que hace pensar que el material (arcilla) con el que se fabricaron estos vasos procede de un lugar no demasiado retirado del mar, y, como en la Geología de Cartagena la existencia de estos materiales no hemos podido constatarla, podríamos deducir su aloctonidad y situar el centro productor en un área donde esos elementos sí se den.

La muestra C-33-31, "sin identificar", por su contenido en cuarzo, biotita, óxidos de hierro, circón, feldespatos, etc., se parece más a las cerámicas

del grupo lagynoi que al resto de las estudiadas, lo que, de ser cierto, pondría en evidencia la presencia de otros objetos de importación en el yacimiento de Cartagena, procedentes de áreas del Mediterráneo Central y Oriental. De cualquier modo esta muestra resulta muy extraña entre todo el conjunto, como ya se ha dicho anteriormente.

9º) De la difracción de rayos X puede concluirse:

Los mayores contenidos de illita se dan en los fragmentos de lagynoi, lo que se explicaría porque han sido cocidos en el horno a mayor temperatura que los otros grupos.

La montmorillonita y la wolframita están en cantidad superior en las cerámicas ibéricas que en las restantes, lo que interpretamos como resultado de una utilización de arcillas procedentes de la zona próxima al yacimiento.

El mayor porcentaje de caolinita entre los fragmentos de imitación campaniense puede estar en relación con una preparación intencionada del barro destinado a esas cerámicas mediante la adición de caolín directamente o a través de un proceso de lavado intensivo de la materia prima.

10º) De los análisis espectrográficos cabe destacar fundamentalmente:

La presencia de plata entre los componentes de las arcillas con que se elaboraron las cerámicas ibéricas, juntamente con la presencia, ya referida, de otros elementos constatados en anteriores fases analíticas, aboga por atribuir un marcado carácter local para ese grupo de materiales.

APENDICE

DIFRACCION DE RAYOS X.- CLAVE DE IDENTIFICACION

2θ	Minerales de la arcilla	Feldespatos	Micas	Otros silicatos	Otros minerales
4,42	Montmorillonitas hidrat.				
5,96	Montmorillonitas secadas aire; vermiculita sec. aire (10)				
6,1-6,5	Cloritas (3-10); baja intensidad si tiene Fe				
7,2-7,3	Vermiculitas sec. aire; Sepiolita (10)				
7,36-7,5			Hidrobiotitas (10)		
8,2	Vermiculitas sec. aire		Micas hidratadas		
6,3-8,8					
8,4-8,6	Paligorskita (10)				
8,7	Haloisita hidrat. (10)				
8,7-8,9	Illitas (10)		Biotita; flogopita (10)		
8,82-8,84			Lepidolita (6)		
8,88			Moscovita (10)		
9,08	Sepiolita			Zeolitas (10)	
9,34				Talco (9)	
9,4-9,6				Pirofillita (6)	
9,6-9,7				Zeolitas (9)	
9,72				Zeolitas (7)	
9,94				Cordierita (10)	
10,34					Fe ₂ O ₃ .8hidrat. (6)
11,2					

DIFRACCION DE RAYOS X.- CLAVE DE IDENTIFICACION (continuación)

2θ	Minerales de la arcilla	Feldespatos	Micas	Otros silicatos	Otros minerales
11,62	Sepiolita (3)				Yeso (10)
11,70					
11,8-12,3	Metahalosisita (8)			Antigorita(6); crino-tillo (3)	
12,28-12,46					
12,3-12,6	Cloritas (9)				
12,36	Caolinita (10); dickita (10); nacrita (10)				
12,36-12,54	Chamosita (10)				
12,64-13		Feldespatos (4-6)		Amesita (9) Cronstedtita (10) Zeolitas (9) Piroxenos (4)	
13,16					
13,40					
13,60					
13,72-14,04		Feldespatos (4-6)			
13,74	Pailgorskita (6)				Lepidocrocita (10) Boehmita (10)
14,16					
14,2					
15,04				Zeolitas (8)	
15,78				Zeolitas (8)	
15,92				Zeolitas (10)	Fe ₂ O ₃ β hidrat. (4)
16,16				Mullita (7)	
16,34	Pailgorskita (5)			Zeolitas (4)	
17,38					Malquita (8)
17,50					

DIFRACCION DE RAYOS X. - CLAVE DE IDENTIFICACION (continuación)

2θ	Minerales de la arcilla	Feldespatos	Micas	Otros silicatos	Otros minerales
17,60			Lepidolita (5)	Zeolitas (10)	
17,62				Epidota (4)	
17,64					
17,70			Moscovita (9)		
17,74					
17,87					
18,28				Zeolitas (4)	Malaquita (6) Goethita (3) Magnetita (3) Gibbsite (10) Wolframita (5)
18,35					
18,4-18,7	Cloritas (9); baja intensidad si tiene Fe				
18,4-19,3	Chamosita (2-4)				
18,7-19,26				Talco (6)	Bayerita (10)
18,79					
18,94				Zeolitas (7)	Espineña (8)
19,19					
19,28-19,94	Monstomorillonitas (6-10)				
19,3	Vermiculita (5); sepiolita (10)				
19,40					
19,50				Pirofillita (5)	Al ₂ O ₃ (4)
19,59					
19,70-19,72					
19,72-19,94	Illita (9)		Lepidolita (5) Moscovita (9)		
19,76	Pallgorskita (8)			Amesita (5)	

DIFRACCION DE RAYOS X.- CLAVE DE IDENTIFICACION (continuación)

2θ	Minerales de la arcilla	Feldespatos	Micas	Otros silicatos	Otros minerales
19,90	Caolinita (4)				
20,02	Dickita (6)			Piroxenos (4)	
20,06	Metahalosita (10)				
20,08	Peligorskita (5)				
20,10-20,6					
20,12					
20,16	Nacrita (8)		Margarita (8)	Circón (7) Pirofilita (2) Piroxenos (5)	Bayerita (8) Gibbsite (6) Yeso (10) Cuarzo (8) Cuarzo (7)
20,26					
20,35					
20,36-20,40	Caolinita(6), dickita(6)				
20,45					
20,50					
20,70					
20,80					
20,83	Dickita (4)				
20,84					
20,94					
21,08					
21,14-22,20		Microclina (6) Feldespatos (8)			
21,29	Caolinita (6)				
21,39					
21,50	Dickita (6)				
21,54	Caolinita (3)				Goethita (10)

DIFRACCION DE RAYOS X.- CLAVZ DE IDENTIFICACION (continuación)

2θ	Minerales de la arcilla	Feldespatos	Micas	Otros silicatos	Otros minerales
21,76				Zeolitas (10)	
21,88				Cordierita (8)	Cristobalita α (10)
21,92		Albita-anortita (7)			
22,04-22,10				Turmalina (7)	Dispora (10)
22,20		Feldespatos (2-7)			
22,32		Microclina (5)		Zeolitas (10)	Calcita (6)
22,38		Feldespatos (3-8)			
22,80-23,39					
23,14	Caolinita (4)				
23,20					
23,22-23,43					
23,26	Sepiolita (5)				
23,52	Dickita (6)				
23,56-23,58		Ortosa (7)			
23,58-23,76		Albita-enortita (5)			Wolframita (5)
23,70-23,84		Feldespatos (4-8)			Ilmenita (7)
23,78					Maghemita (3)
23,84					Dolomita (3); malaquita (9)
23,90					
24,10	Paligoraskita (5)				
24,22-24,43		Feldespatos (3-8)			
24,30-24,64		Albita-anortita (6)			
24,36					Rodocrosita (6)

DIFRACCION DE RAYOS X.- CLAVE DE IDENTIFICACION (continuación)

2θ	Minerales de la arcilla	Feldespatos	Micas	Otros silicatos	Otros minerales
24,43					Hematites (7)
24,72				Antigorita (7); crisotilo (6)	Siderita (6)
24,85					
24,90	Metahalosita (8); nacrita (9); dickita (10); caolinita (10)				
24,92		Danburita (10)		Epidota (6)	
25-25,28	Clozita (10)				
25,06-25,43	Chamosita (10); vermiculita (6)		Flogopita (4)		
25,12-25,14			Moscovita (4)		
25,30				Turmalina (7)	
25,42	Pal'gor'skita (3)				
25,50				Cronstedtita (9)	
25,57-25,88		Feldespatos (3-6) Microclina (5)			
25,58					
25,65					
25,72		Ortosa (6)			
25,88	Dickita (4)	Danburita (7)			
25,95					
25,96					
26,03	Vermiculita (5)				
26,04					
				Amesita (10); talco(6)	Corindón (8)
				Zeolitas (10); cordierita (8)	
				Zeolitas (5)	

DIFFRACCION DE RAYOS X.- CLAVE DE IDENTIFICACION (continuación)

2θ	Minerales de la arcilla	Feldespatos	Micas	Otros silicatos	Otros minerales
30,06				Zeolitas (7)	
30,16		Damburita (10)		Epidota (10); augita (7); piroxenos (4-7)	Wolframita (10)
30,28				Piroxenos (10)	Magnetita (7)
30,38				Piroxenos (8)	
30,48				Piroxenos (4)	
30,58				Epidota (10)	
30,70					
30,80					
30,92-31,82		Feldespatos (4-8)			
31,02			Moscovita (5)	Piroxenos (9)	Dolomita (10)
31,02-31,24					
31,14					
31,14-31,70	Cloritas (1-6)				
31,24				Epidota (6)	Malaquita (10)
31,36					Rodocrosita (10); crisotobasilita α (8)
31,48-31,82	Vermiculita (1-4)			Piroxenos (10)	Apatitos (10)
31,58					
31,58-32,40				Piroxenos (8)	Siderita (10)
31,94			Moscovita (4)		Ilmenita (10)
32,06					
32,59					
32,66		Damburita (8)		Epidota (8)	Magnetita (10)

DIFRACCION DE RAYOS X.- CLAVE DE IDENTIFICACION (continuación)

2θ	Minerales de la arcilla	Feldespatos	Micas	Otros silicatos	Otros minerales
33,02					
33,10-33,54	Chamosita (3-9)				Aragonito (6)
33,14					
33,16					
33,28				Cronstedtita (7); mu- llita (6); hornblenda (basaltos) (10)	
33,33	Paigorskita (8); se- piolita (8)				Apatito (6) Hematitas (10); goethi- ta (8)
33,66					
33,80			Biotita (8); moscovi- ta (8)		
34,20			Biotita (8)	Epidota (6)	
34,33	Paigorskita (8); se- piolita (8)		Flogopita (10)		
34,46	Vermiculita (1-5)		Hidrobiotita (4-8)		
34,46-34,70				Talco (5)	
34,48				Amesita (2-5)	
34,46-35,16	Montmorillonitas (2-10)			Zeolitas (7)	
34,60					
34,60-34,88	Cloritas (1-7)			Hornblenda (basaltos) (7)	
34,74			Lepidolita (10)		Turmalina (10)
34,88	Illita (7)		Moscovita (9)		
35,02	Metahalóisita (7)				

DIFRACCION DE RAYOS X.- CLAVE DE IDENTIFICACION (continuación)

2θ	Minerales de la arcilla	Feldespatos	Micas	Otros silicatos	Otros minerales
35,16				Pirofilita (2-7)	Corindón (9)
35,16-35,60	Paligorskita (3-10); ceolinita (8); cloritas (2-6)			Pirofilita (2-7)	
35,16-35,74		Feldespatos (4-8)	Biotita (8)	Mullita (7); piroxenos (6)	Ilmenita (8)
35,30				Augita (4); epidota (6)	Magnetita (10)
35,44				Piroxenos (4)	Malaquita (6)
35,46				Antigorita (4)	
35,58				Circón (8)	Stremmenita (10); heinites (8)
35,59-35,74	Chamosita (5-10)		Margarita (10)		Magnesita (2)
35,60					
35,74					
35,88	Dichita (6)				
35,88-36,04	Ceolinita (9)			Olivino (basalto) (10); piroxeno (5)	Wolframita (6)
36,04					Cristobalita α (9)
36,18					
36,20				Talco (6)	Lepidocrocita (8); wustita (7)
36,20-36,34					
36,34					
36,48-36,96	Cloritas (2-6)				
36,50				Amesita (7)	

DIFRACCION DE RAYOS X. - CLAVE DE IDENTIFICACION (continuación)

2θ	Minerales de la arcilla	Feldespatos	Micas	Otros silicatos	Otros minerales
36,64			Moscovita (8)	Piroxenos (6)	
36,64-36,80				Crisotilo (3)	
36,65	Sepiolita (7)		Biotita (8)		
36,96			Margarita (8)	Piroxeno(9); zeolitas (6)	Goethita (7)
37,12	Nacrita (10)			Pirofilita (4-7)	
37,12-37,46				Cronstedtita (7); olivino (8)	Espinela (10)
37,28				Epidota (7)	
37,44	Chamosita (0-10)				Corindón (8); $Al_2O_3 \cdot Y(8)$
37,76					
37,77-37,95	Caolinita (7)				
37,95	Vermiculita (4)				
38,10					Aragonito (7)
38,44					Boehmita (10)
38,61-38,78	Dickita (5-8); caolinita (10)				
38,96					Dióspora (8)
39,40					Calcita (2)
39,48					Calcita (7)
39,49	Caolinita (9); sepiolita (6)				
40,22				Olivino (basalto) (7)	
40,60					Bayerita (10)

DIFRACCION DE RAYOS X.- CLAVE DE IDENTIFICACION (continuación)

2θ	Minerales de la arcilla	Feldespatos	Micas	Otros silicatos	Otros minerales
40,98				Mullita (7)	Hematites (7)
41,38			Biotita (8); moscovita (8)		
41,58				Zeolitas (5)	Rodocrosita (3)
41,98				Epidota (4)	Muscovita (10)
42,19	Chamosita (0-5)				Siderita (6)
42,20			Moscovita (8)	Mullita (5)	Diáspora (7)
42,40					Magnesita (8)
42,60				Talco (4)	Calcita (2)
42,82				Pirofillita (3)	Calcita (7)
43,04				Cronstedtita (5)	Corindón (10)
43,22					Diáspora (7)
43,25	Sepiolita (5)				Espineila (8)
43,26					
43,46					
43,70					
44,14-45,30	Cloritas (3-8)				
44,82					
45,06					
45,06-45,34	Cloritas (2-6)				
45,30			Hidrobiotita (5-10)		
45,56			Lepidolita (8)		
45,78	Caolinita (7)				Aragonito (9)

DIFRACCION DE RAYOS X.- CLAVE DE IDENTIFICACION (continuación)

2θ	Minerales de la arcilla	Feldespatos	Micas	Otros silicatos	Otros minerales.
46,04					Al ₂ O ₃
46,20					Siderita (6)
46,82					Magnesita (1)
47,04					Lepidocrocita (7)
47,30					Calcita (9)
47,30-47,84				Amesita (5-7)	Calcita (2)
47,48					Aragonito (8)
48,38					Calcita (2)
48,50				Talco (5)	Calcita (9)
48,64					Boehmita (10)
49,20					Apetito (6)
49,50					Hematites (7)
49,78					Cuarzo (6)
50,12					Cuarzo (8)
50,37					Dolomita (7)
50,66					
50,97	Dickita (3)				Rodocrosita (8)
51,28	Caolinita (5)			Augita (4), piroxeno (4)	
51,60				Olivino (basalto) (8)	
52,28					Corindón (8), apatitos (3)
52,54					
52,74					

DIFRACCION DE RAYOS X.- CLAVE DE IDENTIFICACION (continuación)

2θ	Minerales de la arcilla	Feldespatos	Micas	Otros silicatos	Otros minerales
60,46-60,90					
60,90-62,26 61,34	Montmorillonitas (2-10)			Ameisita (5-7); mullita (7); talco (4-8); crisotilo (3-4)	Espinela (8); wustita (9)
61,48					Ilmenita (4)
61,80	Illitas (7); paligorskita (5)		Moscovita (7)		
61,88				Olivino (basalto) (7)	
62,26	Caolinita (9); nacrita (8); metaheulandita (8); dickita (5)			Pirofillita (2-8)	
62,72					Magnetita (7); hematites (7)
63,20					Maghemita (7)
64,18	Nacrita (4)				Hematites (8)
65,70					Espinela (10)
66,22-67,30	Cloritas (3-8)				Corindón (7)
66,76					Al ₂ O ₃ (10)
67,30					