

EL VALOR DE LOS ENSAYOS EXPERIMENTALES PARA LA INTERPRETACIÓN DE LOS RESTOS ARQUEOMETALÚRGICOS PREHISTÓRICOS

*Mark A. Hunt Ortiz⁽¹⁾, Víctor Hurtado Pérez⁽²⁾,
José M. Gallardo Fuentes⁽³⁾ y Ángel Polvorinos del Río⁽⁴⁾*

Resumen

Para la mejor comprensión de los procesos minero-metalúrgicos prehistóricos y los restos que en ellos son producidos, se llevó a cabo un ensayo experimental utilizando minerales de cobre y fundentes, con el empleo de toberas y fuelles. Una vez finalizado, el horno fue "excavado", registrándose todos los restos producidos y sometiéndose una selección de ellos a distintas técnicas analíticas elementales (XRF, SEM) y a estudio metalográfico. Los resultados son considerados y puestos en relación con el registro arqueológico.

Palabras clave: registro arqueológico, metalurgia experimental, cobre, análisis elementales.

1. INTRODUCCIÓN

Con el objetivo de comprobar empíricamente el comportamiento de las especies minerales al ser sometidas a diversos procesos metalúrgicos extractivos en uso en la prehistoria, conocer los tipos de subproductos que son producidos y también, idealmente, el tipo y características del metal obtenido, se planearon una serie de ensayos experimentales arqueometalúrgicos, organizados por el Dpto. de Prehistoria y Arqueología de la Universidad de Sevilla y patrocinadas por el Vicerrectorado de Extensión Universitaria de dicha Universidad.

⁽¹⁾ C/ Costa de la Luz, 11. 41005 Sevilla.

⁽²⁾ Dpto. Prehistoria y Arqueología. Facultad de Geografía e Historia. Universidad de Sevilla. C/ M^o de Padilla, s/n. 41004 Sevilla.

⁽³⁾ Dpto. Ingeniería Mecánica y de los Materiales. E.S.I. Universidad de Sevilla. Camino de los Descubrimientos, s/n. 41092 Sevilla.

⁽⁴⁾ Dpto. Cristalografía, Mineralogía y Química Agrícola. Facultad de Química. Universidad de Sevilla. C/ Profesor García González, s/n. 41012 Sevilla.

El diseño de estos ensayos se basó en experiencias similares [1, 2 y 3], y en los datos que proporcionaba el registro arqueológico a lo largo de los distintos períodos culturales, pretendiendo finalmente, a la luz de los resultados controlados, conseguir una mejor interpretación de los restos arqueológicos de carácter minero-metalúrgico.

Los ensayos previstos, que incluían la utilización de diversos tipos de hornos y especies minerales, hubieron de reducirse a un solo ensayo por las condiciones meteorológicas adversas que inesperadamente se dieron durante la realización de los experimentos, en término de Paterna del Campo (Huelva). Este ensayo se realizó con el denominado Horno 1 (H-1) diseñado para la fundición de minerales secundarios de cobre, con empleo de fundentes y uso de toberas y fuelles.

La fase de metalurgia extractiva estuvo seguida por la "excavación arqueológica" del horno y por el estudio de los restos recuperados, tanto tipológica como analíticamente, recurriéndose a diversos métodos: XRF, AA, XRD, SEM y metalografías.

2. FUNDICIÓN EXPERIMENTAL

Con anterioridad a la realización del ensayo hubo que llevar a cabo un largo trabajo de recogida y preparación de todos los elementos intervinientes necesarios (mineral, fundente, carbón, arcilla, etc.), siendo sorprendente la gran cantidad de tiempo y esfuerzo que hubo de dedicarle a los preparativos del experimento. Por ejemplo, los fuelles, de tipo herrero, fueron fabricados por la Escuela Taller Castillo de Alpizar, de Paterna del Campo (Huelva); para ello, se hubo de conseguir el cuero, la madera, así como los otros componentes necesarios (boquilla, bisagras, etc.), siendo necesaria la intervención de un herrero y un carpintero.

Las toberas de cerámica, sin cocer, también fueron realizadas con anterioridad, con dimensiones de entre 30 y 40 cm de largo y abertura de 2 cm de diámetro.

El horno, construido con piedras y barro por D. Antonio Muñoz, estaba excavado parcialmente en el suelo, con unas dimensiones de 30 cm de diámetro y 50 cm de profundidad. Fue realizado con piedras y fragmentos de ladrillo unidos con barro, recubriéndose el interior con una capa de arcilla caolinizada.

En el horno se situaron dos toberas enfrentadas, en ángulo de 40° y con la boca a una profundidad de algo más de 20 cm respecto a la parte más elevada del horno. Sobresalían sólo muy levemente de la pared interior. Para el control de la temperatura se dispusieron dos pirómetros (P-1 y P-2) a distintas alturas (figura 1).

Como combustible se utilizó carbón vegetal, cuyo tamaño fue homogeneizado. También fueron tratados previamente el mineral (carbonatos de Cu con ganga de cuarzo) y el fundente (óxidos de Fe), ambos procedentes de mineralizaciones filonianas de la Sierra de Tejada.

Los fragmentos minerales resultantes tenían un tamaño medio inferior al centímetro, aunque algunos llegaban a los 2 cm y otros eran de pocos milímetros.

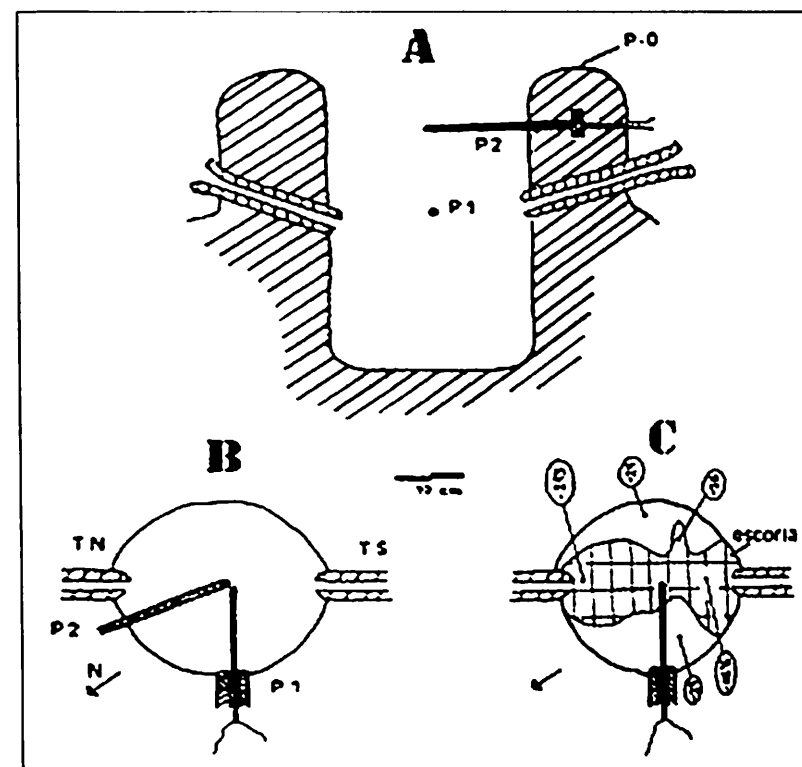


Figura 1. Horno 1 (H-1) del experimento arqueometalúrgico, secciones.

usándose en total 2.200 g de carbonatos de Cu con abundante ganga que no había podido separarse, y 4.400 kg de óxidos de Fe.

La temperatura máxima registrada fue de 1.100 °C, aunque todo el proceso estuvo plagado de incidencias que dieron heterogeneidad a las condiciones del horno, siendo frecuente, por ejemplo, la rotura de las toberas por la absorción de agua del terreno.

3. ESTUDIO DEL HORNO Y SU CONTENIDO

Tras dejar enfriar el horno durante la noche, se llevó a cabo su estudio con metodología arqueológica, diferenciándose en el Horno 1 cuatro niveles distintos, estando las profundidades (que son negativas) referidas al Punto O (P. 0) situado en la parte superior del horno.

* **Nivel I:** La parte superior de este nivel (a -13 cm) se caracterizaba por la presencia de cenizas y carbón sin consumir completamente junto a fragmentos del mineral y fundente introducidos en la última carga. Este mineral presentaba tonos rojizos, sin apreciarse reacciones evidentes o signos de plasticidad, aunque una inspección más minuciosa mostró la presencia en ellos de partículas de cobre metálico en una ganga de cuarzo sin reaccionar.

Con los parámetros de tiempo, carga y temperatura controlados se procedió a la fundición, que tuvo una duración de cuatro horas. La proporción en las cargas entre mineral y fundente fue de 1:3, estando compuestas por 400 g de mineral de Cu y 1.200 g de óxidos de hierro, salvo en la última carga (Carga D), en la que se varió el ratio a favor del mineral.

Estas cargas fueron incorporadas al horno cada treinta minutos (la primera carga a los sesenta minutos, cuando el P-1 marcaba 1.000 °C y el P-2 900 °C),

Aparecieron también en este nivel I (que llegaba en algunas zonas hasta -24 cm) muy escasos fragmentos de escoria con ganga adherida, con pequeños nódulos esféricos de Cu. Quizás lo más destacable en este nivel es la aparición de algunos nódulos de cobre metálico exentos, el mayor de 1 cm de largo y el más pequeño en torno al mm, consecuencia de la reducción directa de fragmentos de carbonato de Cu con escasa ganga.

* **Nivel II:** En este nivel se incluye un bloque de escoria que ocupaba buena parte del horno. La zona superior del bloque aparecía a una profundidad de -15 cm, extendiéndose de una tobera a otra, adhiriéndose a la propia tobera Sur, que presentaba escorificación y a la pared de horno inmediata. También el pirómetro P-1 quedó atrapado en el bloque de escoria. Esta escoria, con aristas angulosas, contenía abundantes trozos de carbón vegetal y numerosos glóbulos de cobre metálico visibles al ojo.

En esta parte inferior del bloque de escorias, por debajo de la altura de las toberas, en algunas zonas, la escoria presentaba formas redondeadas, por lo que debió llegar a tener una gran plasticidad, aunque no la suficiente como para desprenderse, salvo contadas excepciones.

Del espacio no ocupado por la escoria de este nivel, que llegaba a -29 cm, se recuperaron escasos fragmentos de escoria con glóbulos de cobre metálico de tamaño milimétrico, muy escasa cantidad de mineral poco reducido y carbón.

* **Nivel III:** Por debajo del bloque de escoria, a partir de -29 cm, se daba casi exclusivamente el carbón, junto con muy escasos fragmentos pequeños de escoria, algunos con forma de gota compacta. Desde -34 cm, empieza a predominar la ceniza hasta el fondo del horno. No aparecen ningún otro elemento, ni restos de minerales. Termina a -40 cm.

* **Nivel IV:** Este nivel, que va desde -40 hasta el fondo del horno estaba compuesto casi exclusivamente por una capa de cenizas, con algún fragmento esporádico de carbón semiconsumido.

Del Nivel II se cogió un bloque de escoria de 250 g y se extrajo mecánicamente, sin dificultad, el cobre metálico (más o menos puro) que contenía, que pesó 30 g.

4. ANÁLISIS DE LAS MUESTRAS

De los distintos elementos intervinientes y de los restos producidos se hizo una selección de muestras que fueron sometidas a distintos métodos analíticos: XRF (realizadas por el Dr. Ignacio Montero), AA, SEM (EDAX), XRD y también metalografía.

4.1. MINERALES

El mineral fue recogido de minas de tipo filoniano con mineralización de sulfuros con ganga de cuarzo situadas en la Sierra de Tejada [4 y 5]. Las mineralizaciones aflo-

rantes están marcadas en la superficie por monteras de gossan, de donde fueron recogidos los fundentes. Los carbonatos de cobre fueron recogidos de sus alrededores.

Los resultados de las muestras analizadas por XRF-PA- (PT6/4-gossan- y PT9/4-malaquita-) y AA (PT9/3-gossan- y PT9/5-malaquita-) (para parámetros analíticos ver [6]) fueron los siguientes:

Muestra	Fe	Ni	Cu	Zn	As	Ag	Sn	Sb	Pb
PT6/4	25,05	nd	64,7	0,4	nd	0,01	nd	0,1	9,6
PT9/3	20,39	0,006	0,75	0,07	0,29	0,0003	0,0049	0,11	0,16
PT9/4	0,7	nd	96,9	nd	nd	0,009	tr	0,009	2,29
PT9/5	3,2	0,006	34,9	0,06	0,17	0,015	0,09	0,018	0,04

Otras dos muestras minerales, de aspecto inusual, fueron sometidas a XRD, detectándose scorodita (FeAsO_4), cuarzo y pirita (FeS_2).

4.2. COBRE METÁLICO Y ESCORIA

Procedentes de la "excavación" del horno se seleccionaron muestras de cobre metálico y de escoria [1. Cobre metálico exento (H1/NII/B1) (PA7789); 2. Cobre sacado de escoria (H1-NII-B7) (PA7792); 3. Escoria con metal (H1-NII-B4) (PA7790) y 4. Escoria (H1-NII-B5) (PA7791)]. Los resultados de XRF (PA) fueron las siguientes, en %:

Muestra	Cu	Fe	Ag	Sn	Sb	Pb
1. Cu exento	98,04	1,47	tr	nd	0,012	0,45
2. Cu de esco.	82,35	13,18	0,12	0,14	0,82	3,36
3. Esco.-metal	57,41	24,43	0,17	0,29	0,49	17,20
4. Escoria	50,16	44,86	0,08	0,29	0,83	3,76

Uno de los glóbulos metálicos extraído mecánicamente de la escoria (H1/NII/Bolsa 7) fue estudiado metalográficamente. Tenía estructura cristalina (uno de los raros casos en que aparece en vez de la dendrítica Scott [7 y 8]), con los límites de granos marcados por una fase azulada (alta en Pb) y presencia de escoria fayalítica.

Este cobre metálico extraído con distintas fases (zona sin escoria) fue estudiado mediante SEM (EDAX), con los siguientes resultados, en % (la fase con Sb se detectó en otra muestra metálica (Muestra B: H1/NII/B7):

Muestra	Si	Ca	Fe	Cu	Pb	As	Mn	Sb
General	0,7	0,19	4,45	93,48	1,18			
Fase clara			3,06	11,43	83,82	1,27	0,12	
Fase inter.	0,12		2,8	94,74	2,23		0,06	
Fase oscu.	0,08		79,13	7,87	12,55	0,16	0,08	
Fase +Sb		0,17	0,11	54,63	26,64	1,93		16,53

La escoria (Muestra A: H1/NII/B7) también fue sometida a análisis por SEM, seleccionándose un área sin glóbulos metálicos e identificándose distintas fases con composiciones diversas, en %:

Muestra	Si	Ca	Fe	Cu	Pb	Mn	Al	K
General	31,8	1,41	50,8	1,10		0,34	12,87	1,52
Fase Fayalit.	23,66	0,09	75,69	0,07		0,39	0,08	0,02
Matriz vidrio.	45,97	5,24	26,82	0,07	2,42	0,11	14,91	3,6
Dendritas	41,77	3,32	25,96	0,9	1,26	0,07	22,59	3,35

5. CONSIDERACIONES GENERALES

La primera consideración general es la constatación de la mucho mayor complejidad de la fundición con fundentes y toberas respecto a la más simple. No sólo es necesario obtener toda una amplia serie de elementos imprescindibles, sino también hace falta un conocimiento técnico propio de especialista para llevar a cabo los procesos extractivos de manera adecuada en este tipo de horno.

Respecto a la eficacia de la fundición experimental (dando por buena la mencionada proporción de escoria/Cu metálico extraíble mecánicamente de 30 g de Cu por cada 250 g de escoria) el Horno-1 habría producido, siendo 2.945 g de escoria los recuperados, una cantidad de cobre metálico de 353,4 g Al haber sido la carga de mineral (con ganga incluida) de 2.200 g resulta que el cobre recuperado supondría el 16% respecto a la carga mineral total. Pero al representar la ganga al menos un 20% de la carga mineral (es decir unos 440 g) y al ser el carbonato de cobre una combinación, $2\text{CuCO}_3, \text{Cu}(\text{OH})_2$, que sólo contiene en su estado puro ese elemento metálico en una proporción máxima de 65,1% [9], la proporción de cobre recuperado se elevaría a algo más del 30%.

Para tener una buena referencia sobre la utilidad de esta cantidad de cobre, basta recordar que una punta de tipo Palmela tiene un peso en torno a 10 g de Cu, el punzón de Amarguillo AM-40 estaba en torno a los 4,5 g de Cu y la media de peso de las hachas de Cu se estableció en el Sureste en torno a 250 g [10].

Aunque en principio pudiera parecer lógico realizar la metalurgia extractiva a pié de mina, ahorrándose el transporte del mineral, el peso de éste no supondría un problema de transporte si se consideran como válidas, aunque aproximadas, las cifras dadas (350 g de cobre producido a partir de 2.200 g de mineral algo concentrado).

Así pues, cuestiones logísticas (tanto preparatorias de los elementos necesarios para la fundición, como del tiempo necesario para llevar a cabo la fundición) harían más que razonable la elección de los lugares de fundición en las zonas de hábitat permanente. En este sentido, se pudo comprobar durante la realización de los experimentos la importancia de otros factores no tecnológicos en el buen desarrollo de la fundición,

como el climatológico: la estacionalidad de la minería y la metalurgia prehistóricas, dependientes aunque no sinérgicas, es una posibilidad que siempre hay que considerar.

Respecto al propio desarrollo del experimento, plagado de incidencias especialmente con la ventilación, llamó la atención la escasa reacción que las paredes del horno presentaron. Una vez sacada la escoria para la extracción del cobre, quedaría pocas evidencias de actividad metalúrgica, un hecho ya constatado en experimentos similares [11].

El único elemento que fue claramente afectado por el calor fue la tobera Sur, cuyo extremo del interior del horno reaccionó con la carga y el calor, de forma que, aunque sin perder su forma, se escorificó por el exterior por unos 5 cm de su longitud. Aunque el resto de la tobera presentaba pasta deleznable, al menos algunos fragmentos de tobera, si fueron usadas, quedarían preservadas y podrían ser reconocidas con posterioridad.

Por otro lado, las escorias producidas, de tipo fayalítico y de horno, al ser machacadas se desintegran sin dificultad, mientras los glóbulos metálicos quedan íntegros. Esto permite suponer que la escoria sería machacada sin contemplaciones, de forma que se pudieran recoger también los glóbulos de tamaño menor atrapados en ella, lo que supondría su fragmentación severa. En yacimientos del SE europeo calcolíticos, la introducción del cribado de las tierras supuso la recuperación de escorias que previamente no habían sido detectadas en ellos [12].

Respecto a los elementos metálicos producidos, durante la fundición se redujo no sólo el Cu, sino también el Fe y el Pb. Sobre el primero de esos elementos, se puede considerar en base a los resultados analíticos que el cobre metálico producido es, positivamente y por su lugar de formación, de dos tipos:

* El primer tipo, formado por la reducción directa de los carbonatos de cobre en la zona alta del horno, se caracteriza por su relativa pureza: 98% Cu, 1,4% Fe y 0,4% Pb.

Estos resultados permiten afirmar que un mineral como el utilizado, sin ganga, permitiría la obtención de un cobre metálico relativamente puro sin escoria, o con una cantidad muy escasa. Esta reducción simple de carbonatos de cobre, que necesitaría una temperatura de 700-800 °C (en el H-1 se alcanzaron los 900 °C) en condiciones suficientemente reductoras, podría realizarse en un fuego de campamento con carbón y expuesto al viento natural [13].

* El otro tipo de cobre correspondería al formado por la agrupación de las partículas de cobre en la escoria viscosa, que recogería durante su formación numerosas "impurezas" metálicas, entre ellas de forma masiva el Fe y Pb, pero también otros elementos como el Sn, que en el cobre anterior no se detectó, y mayor cantidad de Ag. Esto produce la aparición de diferentes fases, además de escoria atrapada, caracterizadas por la mayor o menor presencia de estos elementos metálicos. En una de las fases diferenciadas (Fase oscura) el Fe llega a suponer el 79%, en otra (Fase clara) el

Pb el 83%. La presencia del Fe metálico es lo que da el carácter magnético constatado en los glóbulos de cobre.

Los distintos resultados de los análisis de los minerales utilizados y de uno y otro tipo de cobre dejan claro que el Fe y el Pb, así como el Sb y el As habrían sido introducidos en la carga de este Horno-1, fundamentalmente, acompañando al óxido de Fe utilizado como fundente.

El Cu metálico extraído mecánicamente de la escoria no sería utilizable para la fabricación de objetos, tanto por su tamaño como por su composición [11]; sería necesario refundirlo y refinarlo.

Respecto al refinado, la simple fundición del cobre producido supondría un incremento considerable en la pureza del cobre, aunque no se tuviera esa intención, consiguiéndose reducir su contenido hasta el 0,5% Fe sin dificultad y, en condiciones muy oxidantes hasta menos de 0,02% [3].

El contenido final de Fe en los objetos de Cu prehistóricos se ha puesto en relación con la tecnología de su producción [11]:

* Aquellos grupos de cobres con contenidos en torno a 0,05% Fe habrían sido producidos mediante un proceso simple, sin utilización de fundentes.

* Los grupos de cobres con contenidos superiores de Fe, en torno a 0,3% o más, habrían sido producidos por un proceso más complejo, como el del H-1, que incluiría la adición de fundentes para la formación intencionada de escoria y el posterior refino del cobre producido.

Los resultados de los cobres producidos en la zona alta del horno H-1, así como las evidencias de producción de escoria fayalítica (en hornos simples) desde el Calcolítico a partir de minerales con altas proporciones de cuarzo y óxidos de Fe y las composiciones de parte de los objetos prehistóricos [5] llevan a pensar en la aplicación habitual del refino y en la no necesaria correspondencia entre el contenido de Fe y una tecnología metalúrgica específica. Otro de los elementos que se pueden considerar mayoritarios en el cobre producido es el plomo.

En vista de los análisis de los minerales, procedería mayoritariamente este elemento del mineral usado como fundente. Beneficiando sólo el mineral de cobre puro, no aparecería en concentraciones elevadas y, aunque más difícil de oxidar que el Fe, en los experimentos realizados su presencia fue reducida en un 10-50%, junto al Ni, Sn, Sb y As [3], aunque en esos casos el Pb en el mineral original era bastante reducido.

El As, otro elemento importante en la tecnología prehistórica, tiende a concentrarse en las fases metálicas, calculándose en un 50% del As original del mineral (o de la carga) es recuperado en la fase metálica producida aunque se reparte entre la de cobre y la de hierro.

El Sn, por su parte, introducido en la carga con los fundentes, sufre una concentración, que se refleja en las composiciones tanto de las fases metálicas como de la escoria, un caso similar a la Ag, de la que se considera que es recuperada en la fundición en el 100% respecto al contenido de la carga [2].

Los mencionados son algunos de los aspectos sobre los que se puede investigar a partir de los datos obtenidos de ensayos experimentales. Los ensayos metalúrgicos experimentales suponen una gran ayuda a la hora de la interpretación, más aún con la intervención de métodos analíticos, de determinados restos arqueológicos concretos, pero también permiten la aproximación "metal" por parte del investigador a la comprensión general de las actividades minero-metalúrgicas y su práctica por sociedades pretéritas.

6. BIBLIOGRAFÍA

- [1] Tylecote, R.F., Ghaznavi, H.A. y Boydell, P.J., 1974. Partitioning of trace elements between the ores, fluxes, slags and metal during the smelting of copper, *Journal of Archaeological Sciences* **4**, 305-333.
- [2] Tylecote, R.F. y Boydell, P.J., 1978. Experiments on copper smelting based on early furnaces found at Timna, en *Chalcolithic Copper Smelting, Archaeo-Metallurgy, IAMS Monograph 1* (eds. Rothenberg, B., Tylecote, R.F. y Boydell, P.J.) 27-49.
- [3] Merkel, J.F., 1990. Experimental reconstruction of Bronze Age copper smelting based on archaeological evidence from Timna, en *The Ancient Metallurgy of Copper* (ed. Rothenberg, B.) 78-122. IAMS, Londres.
- [4] Blanco Freijeiro, A. y Rothenberg, B., 1981, *Exploración Arqueometalúrgica de Huelva*, ed. Labor.
- [5] Hunt Ortiz, M.A., 1998, *Minería y Metalurgia Prehistóricas en Andalucía Occidental*, Tesis Doctoral, Universidad de Sevilla.
- [6] Rovira, S., Montero, I. y Consuegra, S., 1997, *Las primeras etapas metalúrgicas en la Península Ibérica. I. Análisis de materiales*, Inst. Univers. Ortega y Gasset, Madrid
- [7] Scott, D., 1987, *Metallography of Ancient Metallic Artifacts*, Summer Schools Press. Institute of Archaeology, Londres.
- [8] Roman, I., 1990, Copper Ingots, *The Ancient Metallurgy of Copper* (ed. Rothenberg, B.) 176-181. IAMS, Londres.
- [9] Le Thomas, P.J., 1969, *La Metalurgia*, Ediciones Martínez Roca, Barcelona.
- [10] Montero Ruiz, I., 1992, *Estudio Arqueometalúrgico en el Sudeste de la Península Ibérica*, Colección Tesis Doctorales, nº 91/92, Editorial de la Universidad Complutense, Madrid.
- [11] Craddock, P.T. y Meeks, N.D., 1987, Iron in Ancient Copper, *Archaeometry* **29** (2), 187-204.
- [12] Glumac, P.D. y Todd, J.A., 1991, Early Metallurgy in Southeast Europe: The Evidence for Production, *Recent Trends in Archaeometallurgical Research. Masca Research Papers in Science and Archaeology* **8** (1), 8-19. Universidad de Pennsylvania, Ed Glumac, P.D.
- [13] Tylecote, R.F., 1962, *Metallurgy in Archaeology*, Edward Arnold, Londres.