

Uso combinado de técnicas de análisis para la caracterización mineralógica y textural de materiales arqueológicos del sur de Capadocia (Turquía)

Paula Nieto Chacón (1*), Anna Arizzi (1), Massimo Setti (2), Dafne Bandín Martínez (1), Giuseppe Cultrone (1)

(1) Departamento de Mineralogía y Petrología, Universidad de Granada, 18002, Granada (España)

(2) Dipartimento di Scienze della Terra e dell'Ambiente, Università degli Studi di Pavia, 27100, Pavia (Italia)

* corresponding author: paulanch@correo.ugr.es

Palabras Clave: Microscopía Óptica de Polarización, Microscopía Electrónica de Barrido, Difracción de Rayos X, Espectroscopía Raman, Kınık Höyük, Investigación Arqueológica **Key Words:** Polarized Optical Microscopy, Scanning Electron Microscopy, X-Ray Diffraction, Raman Spectroscopy, Kınık Höyük, Archaeological Research

INTRODUCCIÓN

El estudio mediante diferentes técnicas de análisis mineralógico es necesario para la caracterización de los materiales y las técnicas constructivas empleadas en yacimientos arqueológicos. En este trabajo se han estudiado los materiales constructivos del asentamiento de Kınık Höyük (ISAW 2014), situado en la provincia de Niğde, en la zona sur de la Capadocia (Turquía), que data del siglo VIII a.C. Las excavaciones comenzaron en 2011 con el objetivo de averiguar las técnicas constructivas, valorar el comportamiento de la estructura original y, de este modo, establecer el procedimiento de preservación más adecuado (Cinieri et al 2016).

Las muestras analizadas se han tomado en diferentes puntos de la muralla que rodea a la ciudad, construida a base de ladrillo crudo (*adobe*) (fig. 1) con un revestimiento de tierra cruda encontrado en muy buenas condiciones en el momento de la excavación, pero fácilmente deteriorable una vez expuesto a las condiciones ambientales. El objetivo de este estudio es dar respuesta al porqué de este buen estado de conservación, llevando a cabo la caracterización mineralógica de los materiales que la componen y averiguando la tecnología utilizada para su realización.

MATERIALES Y MÉTODOS

La naturaleza del material que compone la muralla, tanto los ladrillos crudos como el revestimiento, son arenas de origen volcánico, acorde con los materiales aflorantes en la zona (andesita y basalto).

El estudio ha sido realizado sobre un total de 14 muestras, seis de ellas del revestimiento, cuatro de los

ladrillos, una de un estrato cinerítico, otra de un terraplén y dos de la pavimentación.



Fig 1. Vista representativa de la muralla con ladrillo crudo visto, objeto del estudio.

Para el estudio analítico, en primer lugar, todas las muestras han sido observadas en detalle mediante una lupa-videomicroscopio (modelo VDM 2000 de Leica, con software Leica Application Suite V.3.8.0) para tener una imagen a nivel de visu de la muestra y, posteriormente, se han preparado y analizado mediante difracción de rayos X (difractómetro PAN-analytical X'Pert3 equipado con rendija automática). Cinco de las muestras se han observado y analizado mediante microscopía óptica de polarización (MOP, microscopio Carl Zeiss Jenapol-U equipado con cámara digital Nikon D7000) y microscopía electrónica de barrido de presión variable (VPSEM, microscopio Zeiss SUPRA40VP), con análisis composicional mediante EDX sobre láminas delgado-pulidas. También se han elaborado mapas composicionales de algunas zonas de mayor interés, además se han analizado fragmentos de nueve de las muestras mediante electrones secundarios (SE) en

microscopía electrónica de barrido (microscopio modelo Auriga, Carl Zeiss SMT) y para análisis más concretos y puntuales, espectroscopía Raman (Espectrómetro Micro-Raman Dispersivo JASCO NRS-5100) acoplada a microscopio óptico en dos de las muestras.

RESULTADOS

Difracción de Rayos X

Esta técnica se ha utilizado para realizar una primera identificación de las fases minerales. En la mayoría de las muestras se han reconocido cuarzo, cristobalita, plagioclasa, calcita, piroxenos y micas. Además, en algunas de ellas se han identificado también anfíboles, yeso y halita.

Microscopía óptica de Polarización

Esta técnica ha permitido una primera caracterización petrográfica, identificando fases minerales y texturas de las muestras. Generalmente, son todas bastante porosas y fisuradas. Están constituidas por una matriz vítrea y microcristalina con fenocristales de cuarzo, plagioclasa, feldespatos y piroxenos inmersos en ella, además cuentan con la presencia de otros fragmentos de rocas volcánicas que difieren del aspecto general de la muestra y de fragmentos de vidrio volcánico. Cabe destacar también, como aspecto común, la presencia de cristales muy alterados, posiblemente óxidos de Fe, así como granos formados por la aglomeración de pequeños cristales redondeados de cuarzo o cristobalita. En algunas muestras se aprecian granos con aspecto similar a la matriz, pero fisurados, más compactos e isotropos con nícoles cruzados. También destaca la presencia de fragmentos con bordes de reacción. En algunas muestras se han identificado fibras posiblemente de origen orgánico. En una de las muestras se han encontrado fragmentos difícilmente reconocibles mediante esta técnica.

SEM-EDX sobre láminas delgado-pulidas

Mediante esta técnica se han analizado algunas zonas de interés previamente observadas y difícilmente identificables con MOP para determinar su composición química. En casi todas las muestras destaca la elevada presencia de Al y Si en la matriz (presencia de silicatos), así como de Fe y Ti (ilmenita). Los cristales alterados, mencionados en el apartado anterior, se han analizado desde la zona más alterada a la menos alterada, encontrando óxidos de Fe y Ti en la parte más alterada y elementos propios de minerales silicatados (feldespatos o piroxenos) en la menos alterada. Se ha obtenido un mapa composicional de los fragmentos con borde de reacción, identificando Ca (posiblemente calcita). En los fragmentos difícilmente identificables al microscopio óptico (presentes solo en una muestra) se han realizado análisis puntuales, en los que destaca la presencia de P (también disperso en matriz) y Ca (también Cl en

algunos espectros). Esto sumado a la textura zonada que se aprecia en la imagen obtenida con esta técnica lleva a pensar que se trate de fragmentos de dientes, pudiendo distinguir zonas correspondientes a la dentina y otras al esmalte (la presencia de Cl en estas últimas puede relacionarse con el clorapatito del esmalte). En algunos minerales observados en microscopía óptica pero no identificados, se detectan, mediante análisis puntual, los elementos químicos constituyentes la sillimanita.

SEM-EDX sobre fragmentos

Se ha identificado la composición de algunos cristales y, sobre todo, descrito su morfología y las relaciones texturales entre ellos y la matriz. La mayoría de las muestras presentan una matriz compuesta por cristales con tamaño aproximado de hasta 1 o 2 μm y presencia de Al y Si, principalmente. También se han observado cristales aciculares con morfología típica de silicatos cálcicos hidratados (los análisis puntuales confirman la presencia de Si). En algunas muestras se pueden apreciar cristales de yeso y halita. Otro rasgo a destacar es la presencia en algunas muestras de partículas con morfología escalenoédrica propia de la calcita.

Espectroscopía Raman acoplada a microscopio óptico

Esta técnica se ha utilizado para para diferenciar la cristobalita del cuarzo en las aglomeraciones microcristalinas observadas en microscopía óptica, siendo identificado el cuarzo, pero no la cristobalita. Se ha utilizado esta técnica también para confirmar la presencia de calcita en el borde de reacción de algunos fragmentos y para confirmar la composición del fragmento de diente.

CONCLUSIONES

La combinación de diferentes técnicas de análisis es clave a la hora de realizar un estudio mineralógico y textural de interés arqueológico, ya que las diferentes técnicas proporcionan informaciones complementarias acerca de las muestras analizadas. En este caso, el análisis mediante difracción de rayos X y la microscopía óptica de polarización han servido como base para tener una idea de la composición general de la muestra, así como de las relaciones texturales. La microscopía electrónica de barrido y la espectroscopía Raman han permitido realizar un estudio más detallado sobre zonas de especial interés.

REFERENCIAS

Cinieri, V., Morandotti, M., Setti, M., Zamperini E. (2016): Analisi e conservazione del patrimonio archeologico di Kınık Höyük: 392-399. Actas de congreso REUSO, Pavia.

ISAW (2014): <http://www.kinikhoyuk.org/index.html>