Caracterización de Morteros del Castillo de Portilla (Álava) y Problemática Asociada a su Datación por ^{14}C

/ GRACIELA PONCE (1), LUIS ANGEL ORTEGA (1), MARIA CRUZ ZULUAGA (1), AINHOA ALONSO (1), XABIER MURELAGA (2), JOSE LUIS SOLAUN (3)*

(1) Departamento de Mineralogía y Petrología. Fac. de Ciencia y Tecnología. UPV/EHU. Bº Sarriena s/n. 48940, Leioa, Vizcaya (España)
(2) Departamento de Estratigrafía y Paleontología. Fac. de Ciencia y Tecnología. UPV/EHU. Bº Sarriena s/n. 48940, Leioa, Vizcaya (España)
(3) Departamento de Geografía, Prehistoria y Arqueología, UPV/EHU, Paseo de la Universidad 5, E.01006 Vitoria-Gasteiz (España)

INTRODUCCIÓN

Los morteros arqueológicos son materiales artificiales compuestos por una mezcla de cal o yeso a modo de aglomerante y arenas, u otra variedad de aditivos orgánicos o inorgánicos, a modo de agregados.

A partir de finales de 1960 la datación de morteros por ^{14}C adquirió gran importancia en arqueología a fin de conocer el momento de construcción de los edificios históricos (Hale et al., 2003). Los morteros estudiados proceden del Castillo de Portilla (Álava), cuya escasa documentación histórica y la falta de correlación estratigráfica en el yacimiento hace que la datación de las fases constructivas aporte información hitórica relevante.

La base de la datación de los morteros de cal se fundamenta en los procesos de formación del mismo. El carbonato cálcico ($CaCO_3$) se disocia en óxido de cal (CaO) y dióxido de carbono (CO_2) durante la calcinación. Durante el fraguado del mortero reacciona con el dióxido de carbono atmosférico formándose de nuevo carbonato cálcico. Esta reacción registra la concentración de ^{14}C del CO_2 atmosférico en la calcita de neoformación (Nawrocka et al., 2005; Ortega et al., 2012).

El carbono de los morteros procede de diferentes reservorios: (1) del carbonato de los agregados, (2) de carbones de la madera empleada en la calcinación de la caliza, (3) de restos de carbonatos parcialmente calcinados y (4) del CO_2 atmosférico. Únicamente el C del CO_2 atmosférico es útil para la datación. Por tanto es imprescindible aislar una fracción pura del aglomerante sin ninguna contaminación de las otras fuentes de carbono. Numerosos estudios proponen diversas estrategias para obtener una fracción pura de aglomerante (Heinemeier et al., 1997; Sonninen y Jungner, 2001; Hale et al., 2003; Nawrocka et al., 2005; Lindroos et al., 2007).

CONTEXTO ARQUEOLÓGICO

El Castillo de Portilla constituye uno de los ejemplos mejor conservados de hábitat medieval fortificado de Álava. Situado en emplazamiento estratégico que durante los siglos XI y XII controló los avances del reino de Navarra hacia Álava y Castilla. Las actuaciones arqueológicas realizadas han constatado asentamientos en la zona desde el Bronce Final y Hierro, durante el período tardorromano y durante la Edad Media sin aparente continuidad entre ellos. De época medieval se conservan restos de varias estructuras constructivas (Fig. 1).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El estudio petrográfico de los morteros evidencian que todas las muestras estudiadas presentan grumos que se individualizan del aglomerante de tamaño variable cuya presencia sugiere una mezcla heterogénea de aglomerante/árido durante la elaboración del mortero (Lindroos et al., 2007). La naturaleza de los áridos es la misma para todas las muestras y corresponde a cuarzo, bioclastos, fragmentos de roca carbonatada y restos de roca parcialmente calcinados (Fig. 3B). No obstante se observan algunas diferencias petrográficas significativas entre las unidades estratigráficas definidas lo que permite establecer una correlación estrátigráfica entre unidades.

Extracción y caracterización del aglomerante

El objetivo es aislar la calcita

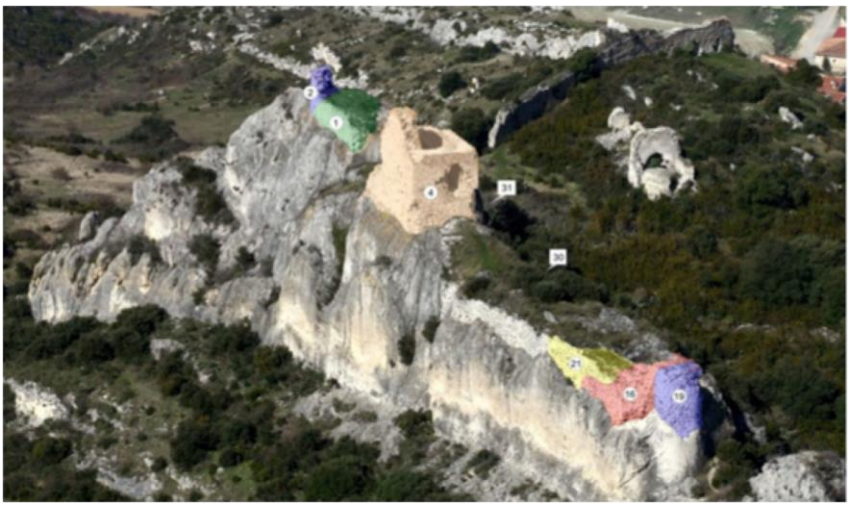

fig 1. *Detalle de las distintas unidades estratigráficas definidas en el Castillo de Portilla.*

palabras clave: Mortero, Datación , ^{14}C.

key words: Mortar, Dating, ^{14}C.

* corresponding author: gponce001@lkasle.ehu.es

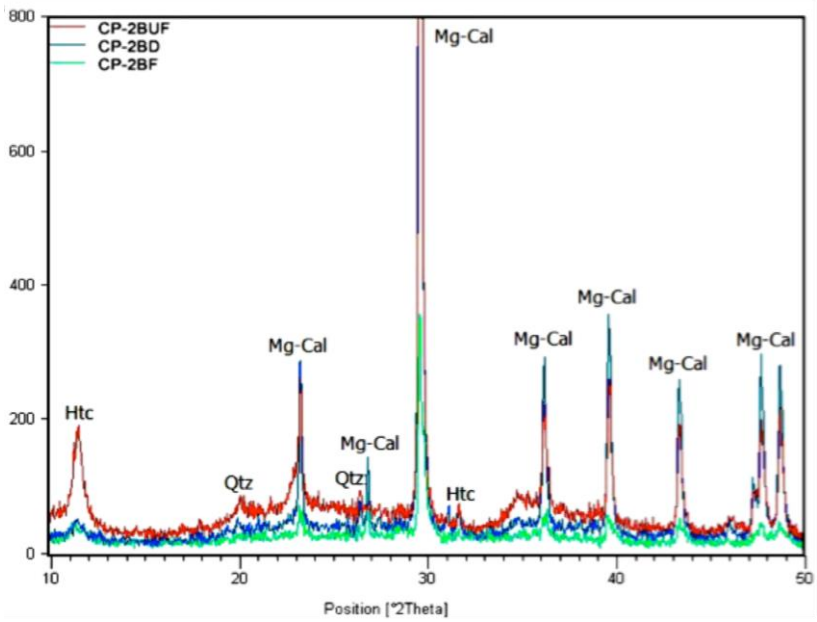

fig 2. Difractogramas para las diferentes fracciones de una muestra de mortero representativa. Htc: hidrotalcita; Mg-Cal: Calcita magnesiana; Qtz: Cuarzo; UF: Ultrafina; D: Datable, F:Fina.

neoformada del resto de carbonatos, para ello se ha realizado un procedimiento de sedimentación por centrifugación basada en la decantación diferencial de las partículas en un líquido (Laird & Dowdy, 1994; Soukup et al., 2008, Ortega et al., 2012). El procedimiento consta de diferentes etapas de fraccionación empleado agua ultrapura de pH = 8 que favorece una óptima disgregación de los cristales y evita que la calcita reaccione y se destruya (Warkentin & Maeda, 1980).

Las fracciones obtenidas en las diferentes étapas de extracción se han estudiado mediante difracción de rayos X (DRX), análisis termogravimetrico (ATG) y microscopía electrónica de barrido (SEM).

Los resultados de la difracción muestran presencia de calcita magnesiana, cuarzo e hidrotalcita en diferentes proporciones en función del tamaño de partícula de las fracciones extraídas. La presencia de hidrotalcita se atribuye al tipo de roca utilizado en la elaboración de la cal (i.e calcinación de dolomitas) que explicaría a su vez la presencia de calcita rica en Mg como aglomerante del mortero. En las fracciones más finas encontramos un aumento en la proporción de hidrotalcita al contrario de lo que cabría esperar (Fig 2). Esto es, las fracciones mas finas debieran estar constituidas exclusivamente por calcita neoformada.

El intervalo de edad obtenido mediante la datación por radiocarbono en la fracción fina (<1um) ha sido desde 1200±30 BP hasta 2180±40 BP, edades envejecidas con respecto a la edad arqueológica esperada (Fig. 3 superior). Estas edades envejecidas se atribuyen a la presencia de hidrotalcita en esta fracción.

Con el fin de lograr una datación fidedigna se ha refinado la fracción utilizable para la datación eliminando la fracción ultrafina (<0.05um) enriquecida en hidrotalcita (Fig. 2). En este caso las edades obtenidas son más razonables, pero la presencia de restos de hidrotalcita sugiere edades todavía envejecidas (Fig. 3 inferior).

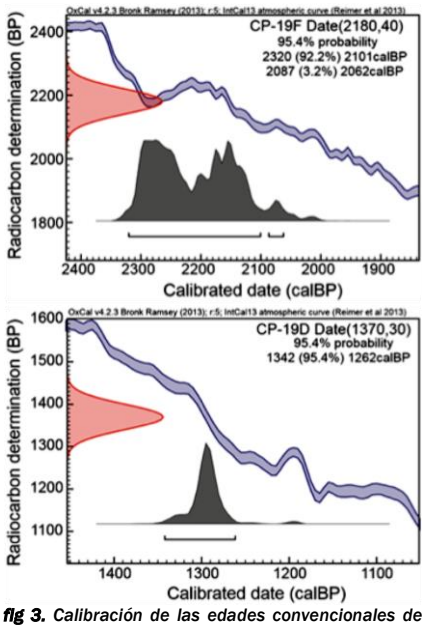

fig 3. Calibración de las edades convencionales de ^{14}C de diferentes fracciones de la muestra CP19.

CONCLUSIONES

Las edades ^{14}C de los morteros son más antiguas de lo esperado y se atribuye a la contaminación por áridos de carbonato y/o restos de roca sin calcinar. La presencia de hidrotacita podría explicar, en parte, la discordancia entre las edades obtenidas y las esperadas. De hecho, cuando mejora el proceso de refinado las edades radiométricas se aproximan a las edades históricas.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por el proyecto S-PE13UN146 del Gobierno Vasco.

REFERENCIAS

*Hale, J., Heinemeier, J., Lancaster, L., Lindroos, A., Ringbom, Å. (2003): Dating ancient mortar. American Scientist, **91**, 130-137.*

*Heinemeier, J., Jungner, H., Lindroos, A., Ringbom, A., Konow, T., Rud, N. (1997): AMS 14C dating of lime mortar. Nuclear Insttruments and Methods in Physics Research, **123**, 487-495.*

Laird, D.A., Dowdy, R.H. (1994): Preconcentration techniques in soil mineralogical analyses. In: Luxmoore R.J, (ed) Quantitative Methods. in Soil Mineralogy. Madison: Soil Science Society of America 236-66.

*Lindroos, A., Heinemeier, J., Ringbom, Å., Braskén, M, Sveinbjörnsdóttir, Á. (2007): Mortar dating using AMS 14C and sequential dissolution: examples from Medieval, non-hydraulic lime mortars from the Åland Is- lands, SW Finland. Radiocarbon, **49**, 47–67.*

*Nawrocka, D., Michniewicz, J., Pawlyta, J., Pazdur, A. (2005): Application of radiocarbon method for dating of lime mortars, Geochronometria, **24**, 109-115.*

*Ortega, L.A., Zuluaga, M.C., Alonso-Olazabal, A., Murelaga, X., Insausti, M., Ibañez-Etxeberria, A. (2012): Historic Lime-Mortar 14C Dating of Santa Maria la Real (Zarautz, Northern Spain): Extraction of Suitable Grain Size for Reliable 14C Dating. Radiocarbon, **54**, 23-36.*

*Sonninen, E. & Jungner, H. (2001): An improvement in preparation of mortar for radiocarbon dating. Radiocarbon, **43**, 271-273.*

Soukup, D.A., Buck, B.J, Harris, W. (2008): Preparing soils for mineralogical analyses. In: Ulery AL, Dres LR, (ed). Methods os Soils Analysis. Part 5-Mineralogical Methods. Madison: Soil Science Soiety of America 12-31.

Warkentin, B.P. & Maeda, T. (1980): Physical and mechanical characteristics of Andisols. In: Theng K.G., (ed) Soils with Variable Chage. Lower Hutt: New Zeland Society of Soil Science 281-302.