

CAPITULO 05

ANÁLISIS METALOGRAFICOS Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES

En el marco del proyecto de investigación, a medida que avanzaban los trabajos, era cada vez más patente la necesidad de completar la interpretación de las evidencias materiales recuperadas mediante estudios arqueométricos, con el fin de aprovechar todos los recursos válidos a nuestro alcance y aportar más luz sobre esta desaparecida tecnología.

Los análisis de materiales realizados por nuestra investigación no han sido numerosos si los comparamos con el peso específico que han adquirido otras áreas del estudio. Hemos de reconocer, por tanto, cierta carencia de estudios arqueométricos de laboratorio referentes sobre todo a las escorias. Ello ha sido debido no tanto a la creciente y diversificada oferta de métodos analíticos que hay a nuestro alcance, lo cual es positivo, (siempre y cuando el análisis no se convierta en el objeto de la investigación), sino más bien a los recursos económicos de que disponíamos, así como a la idea de que lo verdaderamente importante era propiciar buenas preguntas y determinar qué hacer con los materiales recuperados en el curso de nuestra investigación. Quizá por este motivo hemos tardado en comprender cuáles eran las mejores soluciones técnicas a nuestro alcance y sus posibles limitaciones¹¹². A dicho déficit de comprensión también han contribuido las páginas de cierta literatura especializada donde, en ocasiones, la cultura material es descrita con un lenguaje técnico e industrial, en detrimento del discurso histórico y antropológico (Comendador 2010). En las próximas páginas intentaremos conjugar ambos aspectos, esto es, mantener el difícil equilibrio entre la necesidad del empleo del lenguaje técnico para entender los datos extraídos de los análisis y, la subsiguiente interpretación arqueológica.

En este capítulo, dividido en tres epígrafes, vamos a repasar brevemente los análisis metalográficos y caracterización de

materiales practicados en el curso de nuestra investigación. Empezaremos analizando en el primer epígrafe las características físicas y tipológicas de las escorias vizcainas dado que constituyen la evidencia primaria para poder localizar e identificar los aspectos tecnológicos, históricos y sociales pertenecientes a esta tecnología metalúrgica (Pleiner 2000). De ahí la importancia de tratarlas como objetos arqueológicos esenciales, informantes de aquellas actividades que no se pueden sustanciar hoy mediante un registro puramente arqueológico. Por otra, estudiaremos los resultados de los análisis arqueométricos de escorias y minerales practicados básicamente en el yacimiento de Arrastaleku 1 (Bilbao). A pesar de hallarse el horno de reducción arrasado en este yacimiento, las escorias han facilitado interesantes novedades sobre sus mecanismos de funcionamiento.

En el segundo epígrafe vamos a examinar los resultados de los análisis efectuados a las pastas cerámicas de las paredes del horno de tres ferrerías de monte. Por último, enfocaremos la atención en los análisis antracológicos realizados, de los que se derivan datos relativos al uso y posible elección del combustible por parte de los antiguos ferrones de Bizkaia.

5.1. ANÁLISIS DE ESCORIAS

La recogida de escorias la hemos realizado siguiendo un protocolo previamente establecido con la colaboración del Laboratorio de Arqueometría de Materiales del Instituto de Historia (CCHS-CSIC). Cuyo sistema ha consistido en la necesidad de recoger numerosos ejemplares de escorias de diferentes tipos (de sangrado, internas, vitrificadas, calotas...) y en cada uno de los diferentes estratos de la excavación, con el objetivo tener suficiente material para seleccionar y crear una base de datos apropiada. El posterior análisis de estos materiales nos ha aportado datos sustanciales acerca del empleo de la antigua tecnología de producción del hierro prehidráulico.

¹¹² Buena parte del mérito en este caso, lo tiene la colaboración inestimable en los últimos años de Marc Gener (técnico del CENIM, Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas), a quien le tenemos que agradecer tanto su profesionalidad y como su disponibilidad y paciencia para con nosotros.

5.1.1. Tipología de las escorias recuperadas

Las escorias metalúrgicas, constituidas principalmente por silicatos de hierro, suelen caracterizarse por un color negruzco y gris oscuro, en ocasiones brillante, que facilita su identificación. Lo que primeramente podemos apreciar en ellas es la presencia de oxidaciones metálicas superficiales; en segundo lugar, su peso específico generalmente elevado; en tercer lugar, la presencia en algunos casos de inclusiones metálicas visibles en el corte; y en cuarto y último lugar, el eventual magnetismo del material (Rovira y Renzi 2010). Todos estos son elementos significativos a tener en cuenta. Su composición, derivada de la combinación de la ganga y el óxido de hierro¹¹³, no tiene por qué estar influida solamente por el mineral escogido, sino que en ocasiones viene determinada por las reacciones que se producen con el revestimiento del horno (Serneels 1993) y la ceniza del carbón (Crew 1998).

A lo largo del tiempo se han hecho diversos esfuerzos por parte de los arqueometalurgistas para clasificar las escorias en función de su morfología externa y su forma de solidificarse. Desde antiguo las clasificaciones se han referido a la diferenciación básica entre las escorias globulosas o “de sangrado”, evacuadas al exterior mediante algún tipo de orificio en la parte inferior del horno, y el resto de escorias que se producen en el horno, las denominadas escorias *internas* y las escorias de *fondo de horno*, con forma de calota (Oelsen y Schürmann 1954). Pero más recientemente, los mejores estudios sobre tipologías de escorias se han basado en la experiencia de diferentes autores que han clasificado los descubrimientos registrados en territorios concretos dentro de sus propios países (por ejemplo Tylecote 1987; Serneels 1993; Leroy 1997; Rovira y Renzi 2010).

Pleiner estima que la clave para comprender las diferentes tipologías reside en la conexión de las escorias con el funcionamiento del tipo de horno que las produce (Pleiner 2000). No obstante, este funcionamiento debería ser “reconstruido” tan solo en

base a la conjunción de aquellos restos que se encuentren realmente bien conservados y los resultados de reducciones experimentales con la misma base.

Siguiendo este supuesto, las escorias halladas en los registros vizcaínos pueden dividirse básicamente en cuatro grupos bien diferenciados:

1. El primero y más abundante lo formarían las denominadas **escorias de sangrado**, que tienen esos cordones característicos similares a flujos de lava solidificada y que forman tortas aplanadas a veces de grandes dimensiones (Fluzzin 1999). Esto demuestra que se encontraban en un estado semilíquido para poder fluir, y se asocian al hecho de haber sido evacuadas al exterior por una abertura realizada oportunamente en el horno.

En el caso vizcaíno, sorprende el volumen hallado de estas escorias en relación con los pequeños agujeros de 3 a 5 cm de diámetro y unos 35-40 cm de longitud (base de la pared del horno) que podrían facilitar su sangrado en el fondo del horno, lo cual denota el alto grado de desarrollo y dominio técnico de aquellos maestros ferrones.

También es cierto que reducciones experimentales practicadas por nuestro equipo en hornos de esta tipología ha demostrado que se pueden producir sangrados en el mismo interior del horno por las escorias que van deslizándose hacia el fondo.

Por otra parte, ha sido habitual identificar este tipo de escorias con una metalurgia avanzada dentro del proceso evolutivo que desde la Antigüedad llega hasta las ferrerías hidráulicas, metalurgia que comúnmente se ha asociado en la Península Ibérica a la

113 Hay en las escorias cantidades importantes de óxidos de hierro sin reducir debido a las condiciones del proceso directo, donde la mayor parte del volumen del horno se haya a temperaturas menores de los 1200-1300°C que se consiguen en la zona de reducción (Pleiner 2000)



Figura 80. Escorias globulosas o de sangrado. Yacimiento de El Peso 2 (Arcentales).



Figura 81. Sangrado producido en el interior del horno. Reducción experimental en el 2014 en el Museo de la Minería del País Vasco.

tecnología que supuestamente introdujera la conquista romana (Gomez 1996; Rovira y Renzi 2010; Gener 2010).

Esta afirmación se ha basado principalmente en la falta de documentación de hornos con apertura inferior para el sangrado en comunidades prerromanas. Sin embargo, hoy día sabemos, por ejemplo, que existían hornos celtíberos de los siglos IV-III a.C. en La Juncada (Teruel) que ya utilizaban el método de sangrado para realizar una reducción eficiente separando la escoria del tocho. Esto nos muestra tanto el grado de desarrollo tecnológico e innovación de algunas comunidades locales celtíberas, como la necesidad de tomar con precaución ciertos planteamientos generalistas contruidos al margen de los nuevos contextos arqueológicos (Fabre et al. 2012, Villagordo et al. 2014).

2. El siguiente grupo, también abundante en los escoriales vizcaínos aunque en menor medida que el grupo anterior, lo conforman **las escorias internas** que Salvador Rovira denomina *escorias amorfas* (Gomez y Rovira 2001), que se producen dentro de la atmósfera reductora de los hornos y en algunos casos son de textura más esponjosa y más ligeras que las escorias de sangrado mencionadas.

3. Aunque no de manera muy abundante, otra de las escorias que se producen en el interior del horno que se puede encontrar en el registro de las ferrerías de monte de Bizkaia, es la **escoria de**

del hierro en la comarca. Estos vidriados azules se originan fundamentalmente por la mezcla, a altas temperaturas, de la sílice que aporta fundamentalmente la arcilla de la pared del horno, con ciertas sales solubles de sodio (probablemente derivado de la ceniza del carbón).

Por otra parte, no hemos podido registrar de visu en la prospección de superficie practicada en Bizkaia, escorias pertenecientes de la forja primaria o afino de lupias. Pero gracias al análisis de escorias de Arrastaleku 1 que veremos en el siguiente punto, sí queda constatada la presencia de una escoria de afino¹⁴ con abundantes restos de arrastre del proceso anterior de reducción, probablemente desprendida en bloque durante el martilleo que acompaña a la consolidación de la lupia.

5.1.2. Análisis practicados en el yacimiento de Arrastaleku 1 (Bilbao).

5.1.2.1. Las analíticas efectuadas y sus características

La arqueometría de las escorias se ocupa de su identificación, caracterización y cuantificación mediante técnicas de observación y medición que pueden ser destructivas o no. Esta es una técnica que

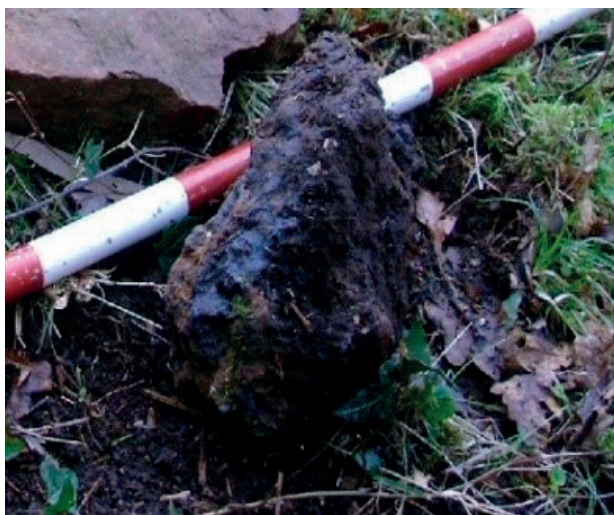


Figura 82. Escoria interna del yacimiento de Regomedo (Arcentales)



Figura 84. Pequeños fragmentos de escoria vitrificada, recogidos en el yacimiento de Sukutza (Bedia) S. XI.



Figura 83. Escoria de fondo de horno, yacimiento Gongeda 3



Figura 85. Escoria de afino de procedente del yacimiento de Arrastaleku 1 (Bilbao)

se ha desarrollado exponencialmente desde la generalización de métodos analíticos precisos y no destructivos (Lopez-Romero y Montero 2006), lo cual ha permitido acceder a nuevas informaciones sobre este tipo de materiales.

En el curso de nuestra investigación, como hemos mencionado en el capítulo anterior, es en el yacimiento de Arrastaleku 1 (Bilbao)¹¹⁵, cuando comenzamos a recoger escorias pirometalúrgicas y algún fragmento de mineral pertenecientes a diferentes estratos según los criterios aportados por el Laboratorio de arqueometría de materiales del Instituto de Historia del CSIC (Madrid)¹¹⁶. De entre todas las muestras recogidas se seleccionaron 15 (13 de escorias y 2 de mineral), según criterios de representatividad, establecidos por el autor conjuntamente con Marc Gener.

Tras la selección, se ha documentado cada muestra antes de proceder a la extracción y preparación de las mismas. A continuación, se han fragmentado las muestras más grandes y se han cortado para extraer una sección de poco grosor y tamaño adecuado. El criterio mantenido a lo largo de este proceso ha sido obtener una muestra cercana al núcleo de la pieza original y que incluyera la mayor cantidad posible de elementos potencialmente significativos, de manera que fuera representativo de la pieza original.

La observación mediante Microscopía electrónica de Barrido (MEB) se ha realizado en los laboratorios del Instituto de Historia del CSIC en Madrid, mientras que el análisis composicional por

Dispersión de Energía de Rayos X (EDX) en los laboratorios de TECNALIA en Donostia.

La relación de los análisis metalográficos practicados en el yacimiento bilbaíno son los que se recogen en la siguiente tabla:

REFERENCIA	U.E.	DESCRIPCIÓN
ARR1 UE 1-1	1-1	Escoria Arqueológica
ARR1 UE 3	3	Escoria Arqueológica
ARR1 UE 4-1	4-1	Escoria Arqueológica
ARR1 UE 4-2	4-2	Escoria Arqueológica
ARR1 UE 4-3	4-3	Escoria Arqueológica
ARR1 UE 5-1	5-1	Escoria Arqueológica
ARR1 UE 5-2	5-2	Escoria Arqueológica
ARR1 UE 5-3	5-3	Escoria Arqueológica
ARR1 UE 5-4	5-4	Escoria Arqueológica
ARR1 UE 5-5 Min	5-5	Mineral Arqueológico
ARR1 UE 6-1	6-1	Escoria Arqueológica
ARR1 UE 6-2	6-2	Escoria Arqueológica
ARR1 UE Corte 1	Corte 1	Escoria Arqueológica
ARR1 UE Corte 2	Corte 2	Escoria Arqueológica
ARR1 UE Corte 3 Min	Corte 3	Mineral Arqueológico

Tabla 6. Análisis metalográficos desarrollados en el yacimiento de Arrastaleku 1 (Bilbao). Autor: Marc Gener.

De entre estas 15 analíticas, únicamente vamos a centrarnos en seis, a fin de no reiterarnos en ciertos resultados. Las seis analíticas elegidas, que presentan diferencias significativas entre ellas, son las siguientes:

dos escorias de sangrado (ARR1UE 1-1 y ARR1 UEcorte1, con distinto nivel de beneficio), una escoria de forja primaria o afino (ARR1 UE 4-3), una escoria interna (ARR1 UE 5-2), una escoria de fondo de horno (ARR1 UE 5-4), y por último, una muestra de mineral (ARR UE Corte 3 Min).

¹¹⁵ Conviene recordar que tras la intervención arqueológica en Arrastaleku 1, datado entre el S. XI-XII, apareció un fondo de horno de reducción completamente arrasado. Por lo tanto gracias a la arqueometría de las escorias hemos documentado numerosos aspectos técnicos concretos de la tecnología desarrollada por los antiguos ferrones en este taller.

¹¹⁶ Siguiendo el mismo protocolo recogimos en el año 2015 diferentes muestras en el yacimiento de Peña Helada 1 (Galdames), si bien están aún pendientes de analítica.

Fase	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	TiO ₂	P ₂ O ₅
Análisis Global	72,93	17,89	4,31	1,71	0,25	1,53	0,91	n.d.	0,47	n.d.	n.d.
Cristales (fayalita)	70,52	25,22	0,46	0,75	0,88	2,17	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
Dendritas (wustita)	94,23	3,94	0,35	0,26	0,24	0,98	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
Intersticial vítreo	30,91	28,71	19,91	9,30	n.d.	0,55	8,00	1,45	0,48	0,42	0,27

Tabla 7. Análisis cuantitativo MEB-EDX general y de las fases más significativas identificadas en la muestra ARR1 UE 1-1 (% en peso, como óxidos; n.d.= no detectado).



Figura 86. Escoria ARR1 UE 1-1: a) Anverso; b) Reverso; c) Muestra

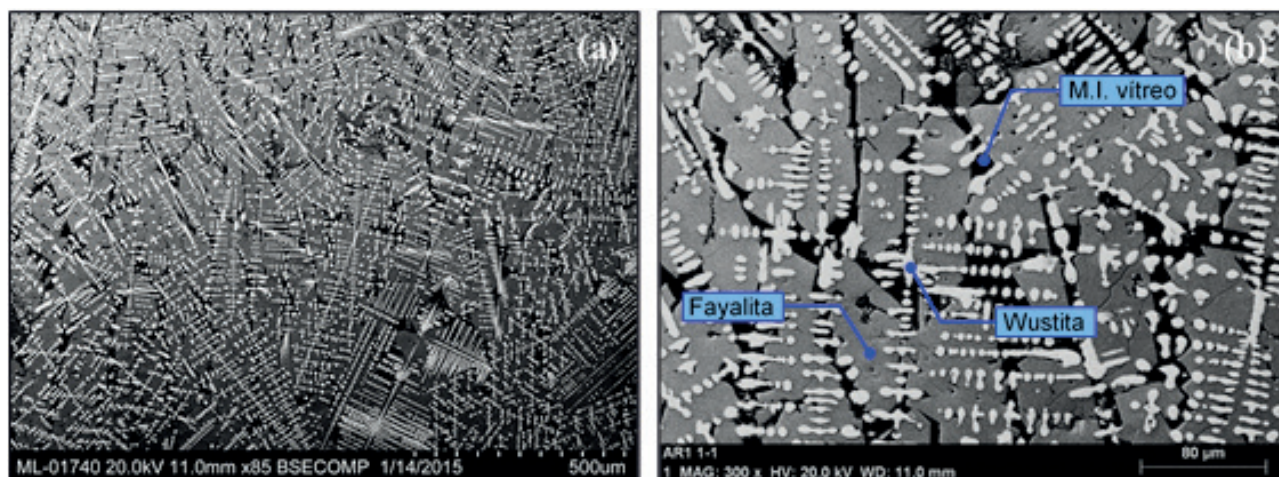


Figura 87. Microestructura de ARR1 UE 1-1. a) Vista general (x85). b) Detalle (x300), identificando los diferentes elementos. Imagen MEB, electrones retrodispersados (M.I. = Material Intersticial).



Figura 88. Escoria ARR1 UE 4-3: a) Anverso; b) Reverso; c) Muestra preparada.

5.1.2.2. Resultados

a) ARR1 UE 1-1

La escoria ARR1 UE 1-1 tiene forma de bloque. Exhibe ferromagnetismo de intensidad media. El anverso presenta una superficie irregular de material de aspecto vítreo y tacto suave, con restos de cordones de solidificación en varias capas, de color gris oscuro y concreciones de material terroso. El reverso presenta una superficie también irregular de material poroso de aspecto vítreo y color gris oscuro, con concreciones terrosas y manchas ferruginosas. Algunas fracturas descubren un material compacto de color gris oscuro, porosidad variable y presencia de vacuolas de distintos tamaños (figuras 86a y 86b).

La muestra de la sección presenta un color gris muy oscuro y homogéneo, con mucha porosidad y presencia de vacuolas. Se distinguen a simple vista líneas de separación que definen diversas zonas con distinta porosidad, las cuales corresponden a las diferentes bandas de colada que se han formado al correr la escoria en estado semifluido e ir enfriándose hasta solidificarse (figura 86c).

La microestructura de la muestra (Figura 87) es bastante homogénea dentro de cada zona, y está formada por una matriz de cristales tabulares y bien definidos de fayalita con algo de Mn

(2,17% MnO, junto con Al, Ca y Mg en cantidades minoritarias), y abundante presencia de wustita dendrítica de largo desarrollo, que indica un enfriamiento lento, y que contiene Mn y Mg minoritarios. El material intersticial, que es lo último en enfriarse, es un vidrio con alto contenido en hierro (30,91% FeO) y con Al, Ca, K y Na, así como cantidades minoritarias de Mn, S, Ti y P.

Se han observado y analizado las diversas zonas de solidificación, que sólo se distinguen por su porosidad y por variaciones en la densidad de las dendritas de wustita. Presentan composiciones muy similares, tanto globales como de sus fases, todo lo cual indica que son producto de una misma operación.

La Tabla 7 resume la composición global y la de los elementos microestructurales más significativos que componen esta escoria.

Resumiendo, podemos decir que se trata de una escoria fayalítico-wustítica bastante homogénea, con abundante wustita en forma dendrítica de largo desarrollo, resultado de una operación de sangrado con enfriamiento lento, durante o al final de un proceso de reducción.

A pesar de la presencia de wustita esta no es muy abundante, lo cual indica que el proceso al que corresponde esta escoria fue relativamente eficiente, produciéndose un buen beneficio del mineral, con poca pérdida de hierro en la escoria.

b) ARR1 UE 4-3

La escoria **ARR1 UE 4-3** tiene forma de bloque irregular. Exhibe ferromagnetismo de intensidad variable, pero en general fuerte. Todas las caras presentan una superficie irregular y áspera donde predomina el color anaranjado ferruginoso, bajo el cual afloran algunos puntos de color gris oscuro. Se advierte abundancia de

concreciones terrosas, así como restos minerales incrustados e inclusiones de materia vegetal carbonizada. Las fracturas dejan ver un material compacto de color gris oscuro con porosidad abundante pero irregular y también restos de materia vegetal carbonizada en el interior (Figuras 88a y 88b).

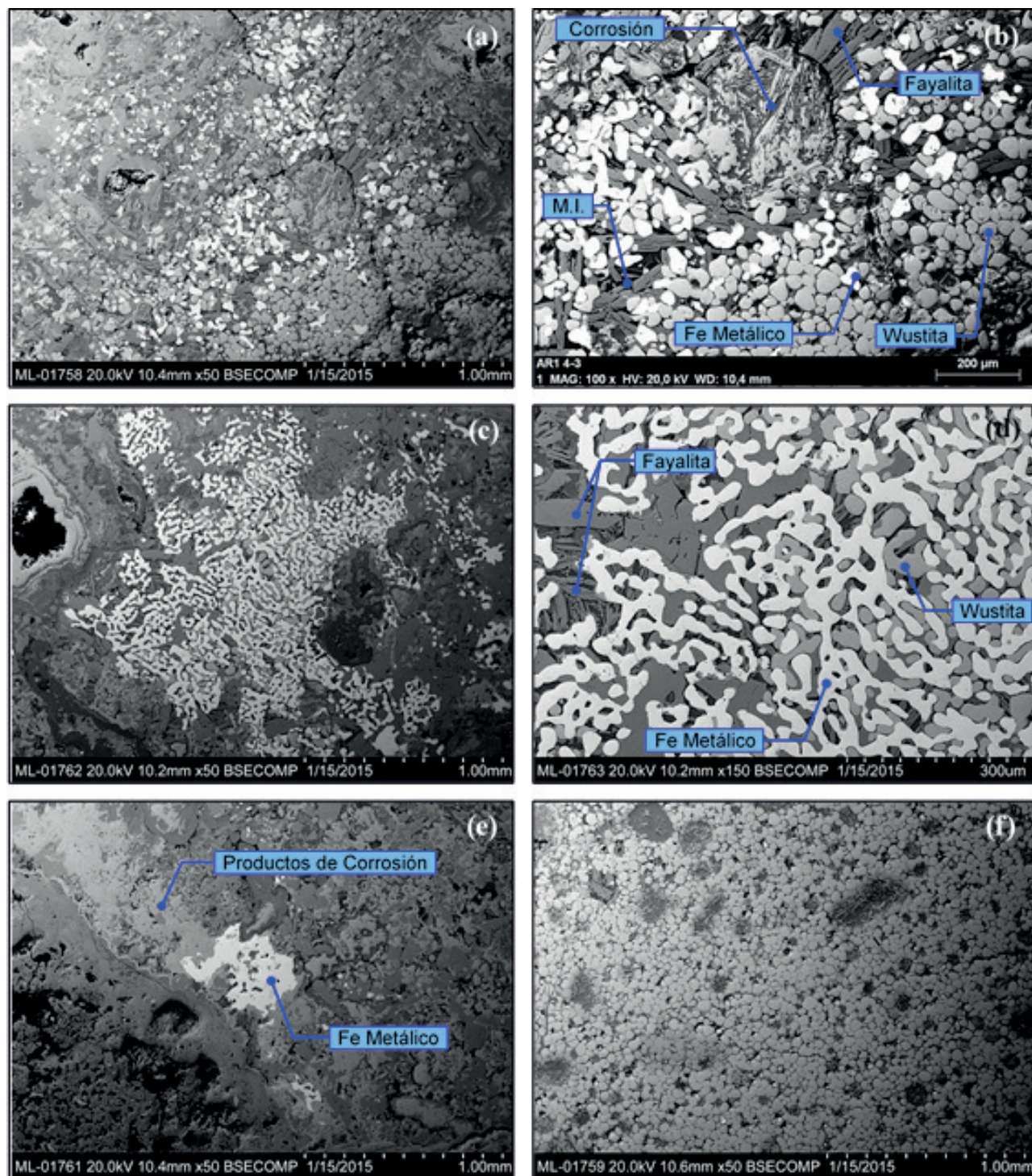


Figura 89. Microestructura de ARR1 UE 4-3, vistas generales y detalles de diversas zonas de la escoria. a) Vista general ('50) representativa de la heterogeneidad de la muestra. b) Detalle ('100) de (a), identificando los diferentes elementos. c) Vista general ('50). Hierro metálico (blanco brillante) formándose, en las últimas fases del proceso de reducción. d) Detalle ('150) de (c), identificando los diferentes elementos. e) Vista general ('50). Restos de hierro metálico bien formado y sujeto a corrosión posterior. f) Vista general ('50). Zona plenamente wustítica, mineral a punto de iniciar su transformación en hierro metálico. Imagen MEB, electrones retrodispersados (M.I. = Material Intersticial).

Fase	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	TiO ₂	Cl ₂ O
Análisis Global	83,09	6,88	3,06	0,88	0,26	3,42	0,89	n.d.	n.d.	n.d.	1,51
Cristales (fayalita)	61,40	25,35	0,34	0,75	2,10	8,9	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	1,16
Dendritas (wustita)	93,87	0,73	1,06	n.d.	0,72	3,62	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
Intersticial	27,53	31,18	19,41	8,04	n.d.	2,98	8,83	0,74	0,44	0,84	n.d.

Tabla 8. Análisis cuantitativo MEB-EDX general y de las fases más significativas

La muestra de la sección presenta un aspecto poco homogéneo, con un color mayoritariamente gris muy oscuro, abundante porosidad y presencia de inclusiones minerales y de productos de corrosión ferruginosos. Se detecta la presencia de inclusiones de metal en la matriz, apreciables a la vista cuando la luz incide en ángulo, aunque no en la imagen (Figura 88c).

La microestructura de la escoria es bastante heterogénea. Todo parece indicar que se trata de una escoria de afino, con numerosos restos de arrastre del proceso anterior de reducción, con lo que exhibe una combinación de elementos microestructurales de ambos.

Así, la mayoría de las zonas (Figura 89a; Figura 89b para el detalle) presentan una estructura de cristales aciculares, en diversos estados de formación (Figuras 89b y 89d), de fayalita rica en Mn (8,9% MnO), con presencia de Mg (2,1% MgO) y cantidades minoritarias de Al y Ca. Aparece también algo de Cl que probablemente provenga de los productos de corrosión circundantes. El material de relleno entre los cristales corresponde a un vidrio con cantidades elevadas de óxido de hierro (27,53% FeO) además de Al, Ca, K y Mn, así como cantidades minoritarias de Na, Ti y S. La wustita, aunque abundante se distribuye de manera irregular y aparece en forma globular, también con presencia de Mn (3,62% MnO) y con Al, Si y Mg minoritarios.

Repartidas por varias partes de la escoria, y generalmente formando aglomeraciones, se detectan numerosas inclusiones de hierro puro (blanco brillante en las Figs. 89a-89e) de diferentes tamaños y morfología irregular, tanto globulares, asociadas a glóbulos de wustita (Figura 89b), como formando una matriz, camino de consolidarse (Figuras 89c y 89e). También se observan inclusiones de materia mineral.

Otras zonas presentan una extensa presencia de óxidos secundarios de hierro (> 95% de FeO). Estos aparecen asociados a hierro metálico que ha sobrevivido al proceso de corrosión (Figura 89e) o en forma de inserciones y oclusiones heterogéneas (Figuras 89a y 89b).

También pueden observarse numerosas aglomeraciones de glóbulos de wustita (Figuras 89a y 89f) en cuyos intersticios se distingue una matriz de cristales de composición fayalítica. Estas aglomeraciones son arrastres del proceso anterior, y corresponden a restos de la fase de reducción del mineral a metal que no ha acabado de consumarse.

La Tabla 8 resume la composición global y la de los elementos microestructurales más significativos que componen esta escoria:

En resumen, dentro de la heterogeneidad, la estructura general es fayalítico-wustítica, con zonas considerables de óxidos secundarios y numerosas aglomeraciones de glóbulos wustíticos, que corresponden a material en proceso de reducción de óxido de hierro a metal. Presenta numerosas inclusiones de hierro metálico puro (100%) de diversos tamaños y en diversas fases de consolidación. Los análisis globales arrojan una proporción de MnO de entre 3,42 y 4,41%. Se trata de una escoria de afino con abundantes restos de arrastre del proceso anterior de reducción, probablemente desprendida en bloque durante el martilleo que acompaña a la consolidación de la lupia.

c) ARR1 UE 5-2

La escoria ARR1 UE 5-2 tiene forma de fragmento plano-conexo. Exhibe ferromagnetismo variable, pero en general débil. El



Figura 90. Escoria ARR1 UE 5-2: a) Anverso; b) Reverso; c) Muestra preparada.

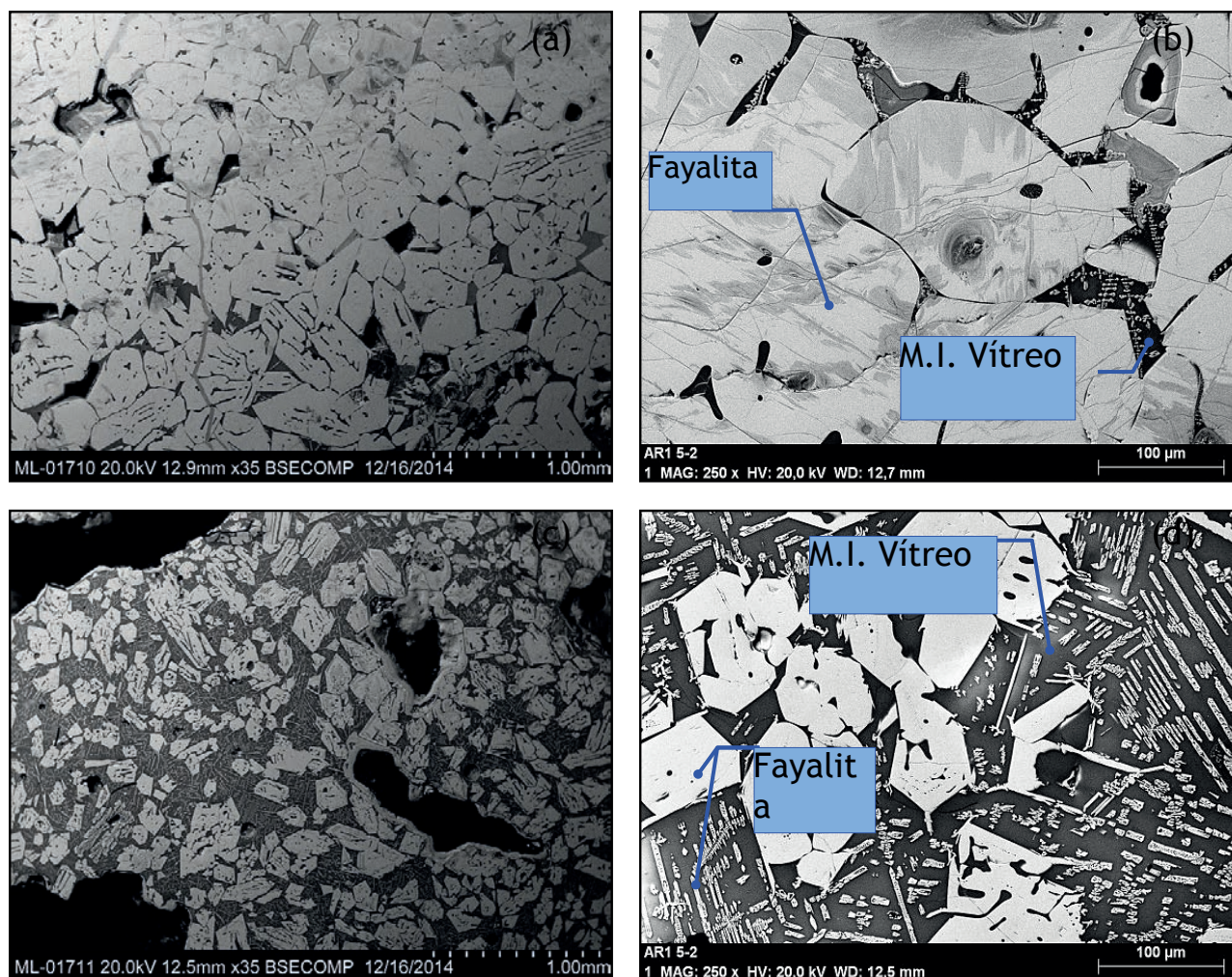


Figura 91. Microestructura de ARR1 UE 5-2. a) Vista general (x35) de la zona de color gris oscuro. b) Detalle (x250) de la zona gris oscuro, identificando los diferentes elementos. c) Vista general (x35) de la zona de verdoso. d) Detalle (x250) de (c), identificando los diferentes elementos. Imagen MEB, electrones retrodispersados (M.I. = Material Intersticial).

anverso presenta una superficie bastante regular, con ondulaciones, de aspecto vítreo, tacto suave, porosa y de color gris oscuro con manchas negras y ferruginosas así como concreciones terrosas. El reverso presenta una superficie del mismo color, porosidad, tacto y apariencia vítrea que el anverso, también con muchas concreciones terrosas, pero con un aspecto mucho más irregular y con grandes protuberancias a un lado, además de grandes inclusiones de materia orgánica vegetal carbonizada. Parece corresponder a un bloque que se ha solidificado desde un estado líquido o semilíquido, formado por acumulación o goteo de la escoria, y fluyendo muy poco durante el enfriamiento. Las fracturas dejan ver un material compacto, de color gris oscuro, con abundancia de poros y de vacuolas (Figuras 90a y 90b).

La muestra de la sección presenta dos zonas diferenciadas, una de un color gris muy oscuro y homogéneo, que es la que se encuentra en la mayor parte de la escoria, y otra de un color gris-verdoso, correspondiente a la parte cercana a la superficie, ambas con abundancia de porosidad y vacuolas (Figura 90 c).

La microestructura general de la escoria corresponde a una matriz de grandes cristales tabulares de fayalita con Mn y Al en cantidades minoritarias, separados entre sí por un vidrio intersticial rico en hierro (25,38% FeO) y con presencia de Al, Ca, K y P, así como Na y Ti minoritarios. En este caso, la diferencia fundamental entre la zona gris oscura, que corresponde a la mayoría de la escoria, y la de color verdoso, que corresponde a áreas cercanas a la superficie, es la densidad de la fayalita. Esta presenta cristales bien

Fase	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MnO	K ₂ O	Na ₂ O	P ₂ O ₅	TiO ₂	Cl ₂ O
Análisis Global	70,61	26,36	1,17	n.d.	0,77	0,34	n.d.	0,46	n.d.	0,29
Cristales (fayalita)	74,15	24,87	0,18	n.d.	0,80	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
Intersticial vítreo	25,38	43,93	19,13	2,29	n.d.	6,07	0,75	1,75	0,70	n.d.

Tabla 9. Análisis cuantitativo MEB-EDX general y de las fases más significativas identificadas en la muestra ARR1 UE 5-2 (% en peso, como óxidos; n.d.= no).

formados y muy compactados en la primera zona (Figuras. 91a y 91b), mientras que en la segunda los cristales fayalíticos aparecen más oquerosos y separados entre sí por grandes áreas de vidrio intersticial donde también se pueden observar largas agujas de fayalita en proceso de formación (Figuras 91c y 91d).

En ambas áreas la composición de los elementos microestructurales es muy parecida. En la Tabla 9. encontramos un resumen de los resultados de los análisis más representativos.

En resumen, se trata de un fragmento de una escoria fayalítica, formada por acumulación del material en estado líquido o semilíquido, probablemente en el fondo del horno, donde ha interactuado parcialmente con el terreno. La composición y la micromorfología de la escoria, en la que destaca la falta de wustita, apuntan a que estamos ante el resultado de una operación de reducción muy eficiente, en la que muy poco hierro se ha perdido en la formación de escoria. Probablemente la operación se realizó con una

relación de combustible/mineral alta (abundancia de combustible) que permite reducir el mineral directamente a metal, produciendo una escoria pobre en FeO.

d) ARR1 UE 5-4

La escoria ARR1 UE 5-4 es de gran tamaño y tiene forma plano-convexa. Exhibe ferromagnetismo débil. El anverso exhibe una superficie irregular, de tacto áspero, porosa, con algunas zonas de aspecto vítreo y color gris oscuro generalizado, con abundantes manchas de color ferruginoso, concreciones terrosas y abundantes incrustaciones de materia mineral. El reverso presenta una superficie parecida a la del anverso pero mucho más irregular y con más incrustaciones minerales y concreciones terrosas. Las fracturas en los laterales revelan un material muy compacto, con escasa porosidad, de color gris y con presencia de vacuolas. Dado su tamaño y morfología todo parece indicar que se trata de un bloque formado



Figura 92. Escoria ARR1 UE 5-4: a) Anverso; b) Reverso; c) Muestra preparada

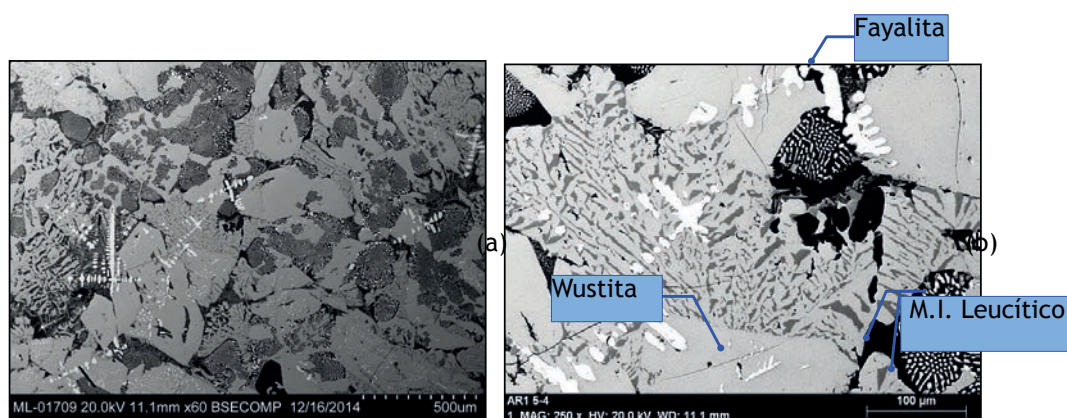


Figura 93. Microestructura de ARR1 UE 5-4. a) Vista general (x60). b) Detalle (x250) de (a), identificando los diferentes elementos. Imagen MEB, electrones retrodispersados (M.I. = Material Intersticial).

Fase	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂
Análisis Global	62,64	24,21	6,91	1,43	0,31	2,00	1,68	0,21	0,61
Cristales (fayalita)	69,58	25,83	0,32	0,42	1,12	2,73	n.d.	n.d.	n.d.
Dendritas (wustita)	96,45	0,43	0,63	n.d.	n.d.	0,87	n.d.	n.d.	1,62
Intersticial (Leucita)	0,84	52,47	26,19	n.d.	n.d.	n.d.	20,23	0,27	n.d.

Tabla 10. Análisis cuantitativo MEB-EDX general y de las fases más significativas identificadas en la muestra ARR1 UE 5-4 (% en peso, como óxidos; n.d. = no).



Figura 94. Escoria ARR1 UE Corte1: a) Anverso; b) Reverso; c) Muestra preparada.

por acumulación de la escoria líquida o semilíquida que se ha solidificado lentamente, sin fluir durante el enfriamiento (Figuras 92a y 92b).

La muestra de la sección corresponde a una fragmento tomado del interior de la zona más compacta, y presenta un color gris muy oscuro homogéneo, con porosidad y vacuolas (Figura 92c).

La microestructura de la muestra (Figura 93) es muy homogénea, y está compuesta principalmente por una matriz de cristales tabulares de fayalita en diversos estados de formación, con presencia de Mn y Mg en su composición (2,73% MnO y 1,12% MgO), así como Al y Ca en cantidades minoritarias. Se observa también wustita poco abundante en forma dendrítica con presencia de Ti (1,62% TiO₂) y Mn minoritario. El material intersticial presente entre los cristales de fayalita es de composición leucítica, y presenta segregaciones secundarias de wustita en muchos puntos.

En la Tabla 10 resume la composición global y la de los elementos microestructurales más significativos que componen esta escoria.

En resumen, se trata de un fragmento muy grande del tipo de bloque formado por la acumulación en el fondo del horno de la escoria líquida o semilíquida producida durante el proceso de reducción, y que no fue extraída durante la operación. Estos bloques también se llaman "calotas" o "fondos de horno", y una vez solidificados se sacaban del horno para hacer sitio para la siguiente operación, con frecuencia rompiéndolos en trozos manejables,

ya que son grandes y pesados. En este caso la composición de la escoria es eminentemente fayalítica y la morfología de la poca wustita presente indica que se enfrió muy lentamente. Su composición y microestructura apuntan a que se trata del resultado de una operación notablemente eficiente, con poca pérdida de hierro en la escoria, probablemente con una relación combustible/mineral bastante alta y con reducción directa del mineral a metal, con pocas pérdidas de hierro en la escoria en forma de wustita.

e) ARR1 UE Corte 1

La escoria ARR1 UE Corte 1 tiene forma aplanada. Se detecta ferromagnetismo débil. El anverso exhibe una superficie de aspecto vítreo, tacto suave, porosa y de color gris oscuro, con restos de bandas de colada indeterminadas que configuran una topografía pero no se distribuyen claramente por capas. El reverso presenta una superficie con el mismo aspecto vítreo, porosidad y color gris oscuro, pero mucho más irregular y áspera al tacto, con abundancia de manchas ferruginosas y concreciones terrosas. Las fracturas laterales revelan un material compacto, que comparte el mismo color gris oscuro, con porosidad y amplias vacuolas (Figuras 94a y 94b).

La muestra de la sección presenta un color homogéneo, gris muy oscuro, con porosidad y presencia de vacuolas, correspondiente a una sola banda de colada formada al correr la escoria en estado semifluido antes de enfriarse y solidificarse (Figuras 94c).

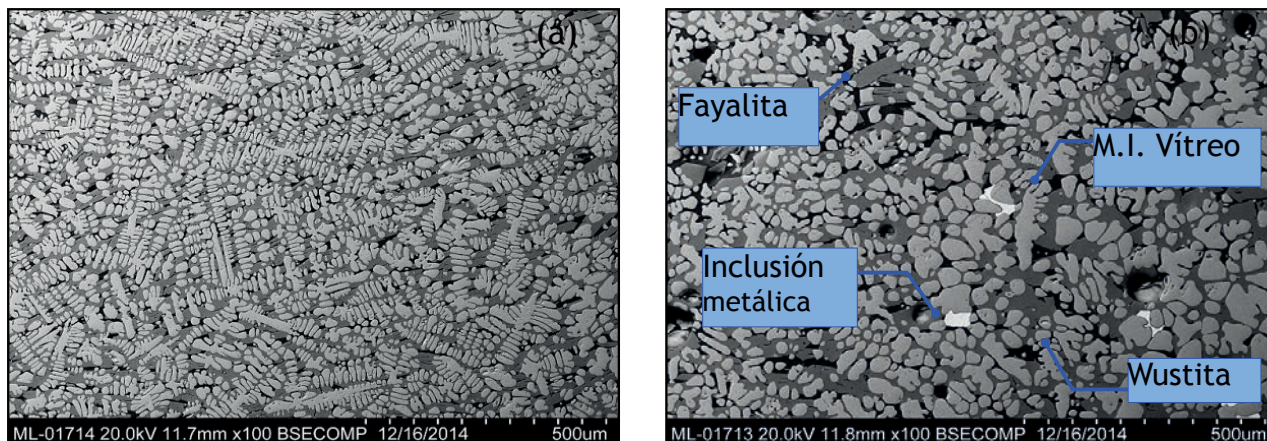


Figura 95. Microestructura de ARR1 UE Corte 1. a) Vista general (x100). b) Otra vista general (x100), identificando los diferentes elementos. Imagen MEB, electrones retrodispersados (M.I. = Material Intersticial).

Fase	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	P ₂ O ₅
Análisis Global	81,39	11,93	3,33	0,87	n.d.	1,64	0,84	n.d.	n.d.	n.d.
Cristales (fayalita)	70,99	24,94	0,43	0,53	0,51	2,59	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
Dendritas (wustita)	98,15	0,20	0,60	n.d.	n.d.	1,05	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
Intersticial vítreo	49,53	23,04	13,63	4,75	n.d.	0,96	6,93	0,72	0,25	0,20

Tabla 11. Análisis cuantitativo MEB-EDX general y de las fases más significativas identificadas en la muestra ARR1 UE Corte 1 (% en peso, como óxidos; n.d.= no detectado):.

Fase	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO
Análisis Global zona mineral (x50)	84,18	6,60	5,20	0,62	0,72	2,68

Tabla 12. Análisis cuantitativo MEB-EDX general representativo de la muestra ARR1

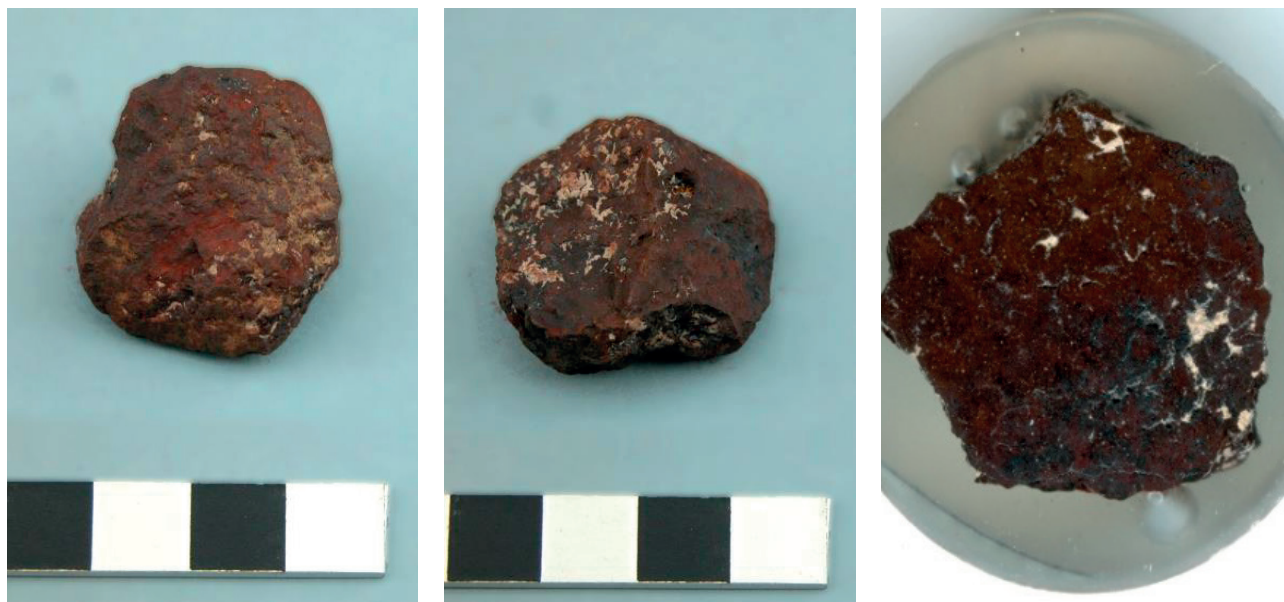


Figura 96. Muestra ARR1 UE Corte 3 Min: a) Anverso; b) Reverso; c) Muestra preparada

La microestructura (Figura 95) es bastante homogénea en toda la muestra, y se compone de una matriz de cristales de fayalita aciculares y tabulares, y abundante wustita que sólo varía de zona en zona por sus diversos estados de desarrollo dendrítico (Figuras 95a y 95b). La fayalita presenta Mn en su composición (2,59% MnO), así como Ca, Al y Mg en cantidades minoritarias, mientras que la wustita presenta también algo de Mn (1,05% MnO). El material intersticial es un vidrio de alto contenido en hierro (49,53% FeO), con presencia de Al, K y Ca, así como Mn, Na, S y P minoritarios. Distribuidas por la escoria se encuentran pequeñas inclusiones de hierro metálico puro.

La Tabla 11 resume la composición global y la de los elementos microestructurales más significativos que componen esta escoria.

Se trata de una escoria fayalítico-wustítica, muy homogénea. Solo varía en el nivel de desarrollo de las dendritas, lo cual indica



Figura 97. Microestructura de ARR1 UE Corte 3 Min. Vista general representativa (X50), identificando los diferentes elementos. Imagen MEB, electrones retrodispersados.

que algunas zonas se enfriaron ligeramente más deprisa que otras. Al tratarse de una escoria de sangrado, que se hizo fluir del horno en estado líquido o semilíquido, es razonable asumir que fue la parte inferior, que estaba en contacto con el suelo, la que perdió temperatura algo más rápidamente. Al tratarse de una sola capa, y relativamente fina, el gradiente de temperatura se mantuvo el tiempo suficiente para dejar que las dendritas de desarrollaran más en la parte superior que en la inferior.

En este caso, la abundancia de wustita indica que la operación de reducción fue poco eficiente en cuanto al beneficio del mineral, ya que se perdió bastante hierro en la escoria.

f) ARR1 UE Corte 3 Min

La muestra **ARR UE Corte 3 Min** tiene forma de bloque. Se trata de un fragmento de mineral de tacto áspero y color ferruginoso, con tonalidades que van del rojo oscuro al anaranjado, manchas grises e inclusiones blanquecinas, así como algunas concreciones terrosas (Figuras 96a y 96b).

La muestra de la sección (Figura 96c) alterna zonas de color marrón rojizo con otras de color gris oscuro e inclusiones blanquecinas que forman una estructura reticular.

La microestructura de la muestra es heterogénea y combina regiones ricas en ganga silíceo con otras, la mayoría, ricas en mineral de hierro (Figura 97). Las zonas ricas en mineral presentan en sí mismas una morfología y una composición muy consistentes. En la Tabla 12 puede verse un análisis de composición representativo de la fase mineral, con abundancia de óxidos de hierro y con presencia de Mn (2,68% MnO) así como cantidades minoritarias de Mg, coherentes con la presencia de estos elementos en las escorias halladas en el yacimiento.

5.1.2.3. Conclusiones acerca del conjunto de análisis practicados en Arrastaleku 1.

La mayor parte de las muestras recogidas en diferentes estratigrafías en el registro arqueológico de Arrastaleku 1 durante la excavación corresponden a escorias de sangrado. Este tipo de escorias se forman durante la operación de reducción de mineral en el interior del horno de manera que adquieren una considerable fluidez. Probablemente son extraídas en una o más ocasiones a lo largo de la operación por el procedimiento de abrir el agujero a baja altura en la pared del horno y dejar que la escoria fluya hacia fuera en estado líquido o semilíquido, enfriándose y adquiriendo en el proceso su característica morfología. Las escorias que hemos podido identificar como de sangrado son las siguientes:

ARR1 UE 1-1	ARR1 UE 4-2	ARR1 UE Corte 1
ARR1 UE 3	ARR1 UE 5-3	ARR1 UE Corte 2
ARR1 UE 4-1	ARR1 UE 6-1	

En la mayoría de casos se trata de escorias de matriz fayalítica y con escasa presencia de wustita, resultado de una operación de reducción eficiente desde el punto de vista del beneficio del mineral, ya que se perdió poco hierro en forma de wustita en la formación de la escoria. La presencia generalizada de la wustita en forma de dendritas de largo desarrollo indica que el enfriamiento desde el estado fluido se produce de forma relativamente lenta, de manera que los elementos tienen tiempo de separarse e irse formando

adecuadamente. También implica que la escoria alcanza una temperatura por encima de 1300°C, que es la necesaria para que la wustita se funda, y que la mantuvo un cierto tiempo. Este tipo de escorias, pobres en wustita, suelen relacionarse con operaciones con intensas condiciones reductoras, que probablemente involucran una relación combustible-mineral bastante alta, permitiendo que los fragmentos de mineral se reduzcan directamente, transformándolos en una mezcla de metal y escoria (Killick y Gordon 1989). Esto permite beneficiar minerales relativamente poco ricos en hierro, a costa de usar mucho combustible. Aunque este no parece ser nuestro caso en Arrastaleku 1, puesto que los minerales hallados en el contexto arqueológico (ARR1 UE 5-5 Min y ARR1 UE Corte 3 Min) son muy ricos en Fe, con lo que, a priori, y con estos datos en la mano, el uso de una cantidad mayor de combustible en relación con el mineral, aunque siempre conveniente, no hubiera sido imprescindible para beneficiar el mineral. Podemos teorizar también, que el resultado final de este tipo de operaciones, dadas las intensas condiciones reductoras, tiende a ser acero, más que hierro dulce, pero esto es un resultado que también viene condicionado por otros factores que puede controlar el operador (el maestro artesano en este caso) y que no quedan reflejados en la escoria, como es el tiempo que se deja la lupia en el interior del horno o la frecuencia del sangrado de la escoria, que permite exponer el metal durante más tiempo o menos a la atmósfera reductora (PLEINER 2000; REHREN *et al.*, 2007). También es cierto que el tipo de mineral empleado en Bizkaia en esta época se caracteriza por ser muy pobre en fósforo, lo cual producía un hierro reconocido por su alta calidad y en el caso de que la producción fuese acero, esta característica intrínseca produciría un acero de escasa fragilidad y gran consistencia.

Lo que se ha comentado hasta aquí es de aplicación a todas las escorias de sangrado mencionadas salvo ARR1 UE Corte 1 y ARR1 UE Corte 2, que presentan una gran cantidad de wustita en su composición. Esta aparece también en forma dendrítica bastante desarrollada, lo cual indica que también en estos casos se alcanzó la temperatura de 1300-1350°C, se mantuvo durante un tiempo y el enfriamiento se produjo de manera bastante lenta. Sin

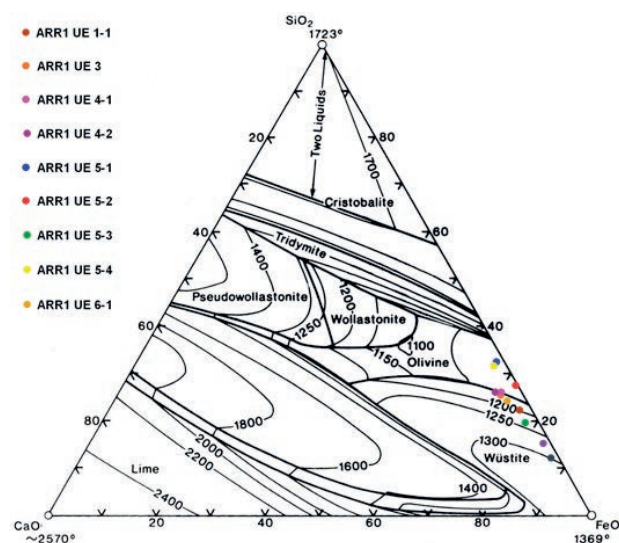


Figura 98. Diagrama de equilibrio de fases con las escorias analizadas representadas en él en función de su composición. Autor Marc Gener

embargo, la abundancia de este componente implica que en este caso estas escorias son producto de una operación de reducción poco eficiente en términos de beneficio del mineral, ya que se perdió mucho hierro en la formación de la escoria. Este tipo de escorias muy ricas en wustita, se relacionan con operaciones con una relación combustible/mineral menos alta que las anteriores (menos combustible para la misma cantidad de mineral) cuyo mecanismo de funcionamiento, simplificando, consiste en producir una escoria rica en wustita, que luego precipita, con el fin de reducirla después a Fe metálico (Killick y Gordon 1989). Esto permite ahorrar combustible si se usan minerales de alta ley, como es el caso de los minerales hallados en este contexto arqueológico, pero a riesgo de no aprovechar al máximo la riqueza del mineral. Al crearse condiciones no tan intensamente reductoras como en el caso de relaciones combustible/mineral más elevadas, también se puede teorizar aquí que el resultado de estas operaciones será hierro puro, o al menos que es más fácil que salga hierro sin acerar de esta operación, aunque, como ya hemos mencionado, este es un factor que se puede controlar con mecanismos que no dejan huella en la escoria (Pleiner 2000; Rehren *et al.* 2007).

Se han representado las composiciones globales de las escorias en el diagrama de equilibrio de fases $\text{SiO}_2\text{-CaO-FeO}$ (Figura 98), donde se reflejan las tendencias aquí descritas. Así podemos ver como ARR1 UE Corte 1 y ARR1 UE Corte 2 tienden más a la zona wustítica, como refleja su microestructura, con temperaturas de trabajo de entre 1250 y 1300°C, mientras que las otras escorias de sangrado se mantienen en la zona de la fayalita, con temperaturas de trabajo más o menos consistentes entre 1150 y 1200°C, sin que esto sea impedimento en cada caso de que se alcanzaran temperaturas más altas en momentos puntuales, y se mantuvieran durante un cierto tiempo, como indican la presencia y la morfología de la wustita.

Además de las escorias de sangrado, también encontramos ejemplos de las llamadas fondos de horno, formados por la acumulación de escoria en la cavidad inferior de la estructura pirometalúrgica.

Casi todas estas escorias presentan una estructura básicamente fayalítica, y constituyen un ejemplo claro del proceso que ya se ha mencionado para las escorias de sangrado con poca wustita: productos de una operación eficiente desde el punto de vista del beneficio del mineral, con intensas condiciones reductoras, poca pérdida de hierro, y la posibilidad de obtener acero como producto final, si el operador así lo decidía y sabía cómo explotar las condiciones de su horno.

Es necesario mencionar que las escorias de fondo de horno pueden ser producidas por una operación de reducción, pero también se pueden formar en el fondo de una fragua en el transcurso de operaciones de post-reducción, como el afino de la lupia o la forja del hierro. En nuestro caso, sin embargo, la morfología interna de las escorias indica que lo más probable es que todos los ejemplos estudiados se traten de productos de operaciones de reducción.

Al representarlas sobre el diagrama de equilibrio de fases (Figura 98), casi todas las calotas caen plenamente dentro de la zona fayalítica, en coincidencia con lo que nos muestra su microestructura, con temperaturas de trabajo entre 1150 y 1200°C, sin que eso sea óbice para que durante la operación se haya podido pasar

por fases donde la temperatura interior haya subido hasta el punto de permitir la fusión de la wustita cuando esta está presente en forma dendrítica, aunque sea en cantidades escasas, como en el caso de ARR1 UE 5-4. La escoria ARR1 UE 6-2, a su vez, se sitúa todavía en la zona fayalítica pero más cerca de la zona wustítica, con temperaturas de trabajo alrededor de los 1200°C. Sin embargo, aunque esto concuerda con la microestructura observada, sabemos que se trata de una escoria sometida a condiciones particulares por estar delante de la tobera, con presencia además de fayalita y wustita en formación, poco definidas. Todo ello apunta a que es una escoria que no ha alcanzado condiciones de equilibrio, con lo cual su posición en el diagrama de equilibrio es poco representativa.

Por una razón parecida no está representada en el diagrama de equilibrio de fases la escoria ARR1 UE 4-3. Esta es probablemente el producto de una operación de afino o consolidación de una lupia después de sacarla del horno. Como hemos podido ver, presenta en su interior cantidades importantes de hierro sin consolidar, mezcladas con grandes cantidades de escoria y algunos óxidos secundarios indicativos de hierro que han cedido al ataque de la corrosión a lo largo del tiempo. Este tipo de microestructuras suelen corresponder a escorias que se han desprendido del cuerpo principal de la lupia, durante el proceso de consolidación en caliente, arrastrando parte del metal de esta. Su alto contenido en hierro metálico y productos de corrosión falsean los resultados analíticos a la hora de representar la escoria en el diagrama de fases, por eso no la hemos reflejado allí.

En cuanto a los minerales estudiados, hemos comprobado que ARR1 UE 5-5 Min y ARR1 UE Corte 3 Min son fragmentos de mineral de una ley bastante elevada, con cantidades variables de ganga silíceas y aluminosas, y en ambos casos con presencia de Mn y algo de Mg, elementos comunes a todas las escorias en proporciones variables pero bastante consistentes, y que encuentran su origen precisamente en el mineral.

Los otros elementos presentes en las escorias tienen orígenes diversos. El Fe, el Si, el Al y el Ca, además de los mencionados Mn y Mg, y también el Ti y el P, tienen su origen en el mineral, aunque en el caso de estos últimos aparezcan siempre en proporciones tan pequeñas que raramente se detectan en los análisis globales de los minerales. Ocurre lo mismo con el Cu que encontramos en algunas inclusiones de hierro metálico, siempre en proporciones muy pequeñas, y que probablemente provenga de la contaminación del mineral por calcopirita, que es un mineral bastante común en la cuenca minera vizcaína, y que también explica la presencia casi siempre minoritaria de S que a veces aparece en los análisis. Estas cantidades de S y Cu que encontramos son siempre tan escasas que es difícil argumentar cualquier otra cosa que no sea una contaminación accidental y de proporciones muy escasas. Otra fuente de elementos minerales pueden ser las paredes internas del horno, que interaccionan con la escoria, proporcionando además de elementos como Si y Al, posibles contaminaciones minoritarias de otros elementos.

De estos elementos, el Cu es un elemento siderófilo (Seernels 1993) que se reduce a baja temperatura y pasa todo al metal, que es donde lo encontramos. Los elementos litófilos son aquellos que pasan íntegramente a la escoria, puesto que se reducen a muy alta temperatura y raramente pasarán a formar parte del metal, como

el Si, Al, Ca, Mg y Ti, por lo que si se detectan en el metal probablemente sea porque el analizador está captando elementos del área circundante, un efecto que a veces se produce al analizar inclusiones muy pequeñas. El K y el Na se originan en el combustible (carbón vegetal), y también se quedan en la escoria, normalmente en el material intersticial, que es lo último en solidificarse. Por otra parte, están los elementos intermedios como el Mn, que se reparten entre el metal y la escoria en función de la temperatura. La presencia de Mn, aunque no muy alta, es significativa, puesto que la presencia de este elemento en el mineral en las proporciones observadas es suficiente para impactar en el proceso productivo. El Mn sustituye al Fe en la escoria, bajando la temperatura de fusión de ésta y, en general mejorando por diversos mecanismos (Heimann et al. 2001) la eficiencia del proceso de reducción. En resumen, hace posible extraer más hierro a menos temperatura del horno (es decir, más fácilmente), y además favorece su carburización, de manera que sea más fácil que el resultado de la operación sea acero en vez de hierro puro. Para un antiguo artesano del hierro, cuyo conocimiento era estrictamente empírico, esto se traduce en que un cierto tipo de mineral (el que es rico en Mn), aplicándole el procedimiento habitual, es menos exigente que otros a la hora de producir hierro metálico como resultado, y que además también permite que se obtenga acero directamente desde el horno con más facilidad, modificando las condiciones de la operación (cantidad de combustible, tiempo, flujo de aire...). Evidentemente, para ello el artesano debe tener experiencia en la manipulación de los parámetros del horno, y precisamente la elección de un mineral rico en Mn, cuando fuera posible, es uno de estos parámetros, lo cual convierte a este tipo de materia prima en un recurso atractivo.

En general, tal y como mencionamos junto a Marc Gener¹¹⁷, del estudio llevado a cabo se deriva que los ferrones que operaban el horno excavado en el yacimiento de Arrastaleku 1 entre la segunda mitad del s. XI y la primera mitad del s. XII d.C., sangraban los hornos y tenían un cierto control sobre el resultado de sus operaciones. Se detecta una considerable consistencia entre los desechos de los procesos, que apuntan mayoritariamente a un buen rendimiento en términos de beneficio del mineral. En este sentido, y como hipótesis de trabajo futuro, las diferencias detectadas entre los diversos tipos de escorias pueden atribuirse a que se buscaban resultados distintos (hierro, acero, ahorro de combustible, mayor beneficio del mineral, etc.) manipulando las condiciones del horno. Hasta dónde alcanzaba este control y hasta qué punto se trataba de decisiones tecnológicas intencionales son cuestiones que exigirían estudios más amplios, destinados a elaborar estadísticas de resultados más completas, pero también es cierto que se constata un mejor beneficio de mineral en las escorias pertenecientes a la época de amortización del horno que entre aquellas escorias más antiguas recogidas en los estratos inferiores, lo cual apunta a un progresivo dominio de la técnica por parte de los artesanos. Por último, referente al ciclo de trabajo desarrollado en el taller ferrón, hemos podido constatar que además del proceso de reducción

¹¹⁷ Franco, F.J. y Gener, M. Early ironwork in Biscay: Survey, excavation, experimentation and materials characterization. An integral study of the mountainside ironworks. (ferrerías de monte or "haizeolak"). En *Materials and Manufacturing Processes*, vol.32, issues 7-8 Taylor & Francis, London. 876-884.



Figura 99. Fragmentos pared de horno del yacimiento de Peñas Negras. Fotografía: M^a Ángeles Villegas.

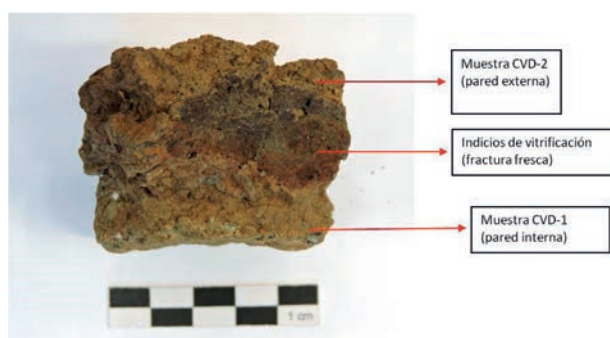


Figura 100. Pared de horno de Callejaverde. Fotografía: M^a Ángeles Villegas.



Figura 101. Fragmento de la pared del horno de Callejaverde. Fotografía: M^a Ángeles Villegas.

también existía una forja primaria o afino de la lupia, seguramente en el momento de extraerla del horno de reducción. O dicho de otra forma, en el taller de reducción ya se realizaba primera elaboración de los tochos de hierro para su posterior traslado hacia las fraguas en las que los herreros realizaban los instrumentos en hierro.

5.2. ANÁLISIS DE PASTAS DE LAS PAREDES DE HORNOS DE REDUCCIÓN

Exponemos, a continuación, los resultados de los análisis químico-físicos realizados sobre fragmentos de las paredes del horno de tres yacimientos de ferrerías de monte. Los análisis correspondientes a los dos primeros yacimientos han sido realizados en 2014-2015 en los laboratorios de CCHS-CSIC, bajo la dirección M^a Ángeles Villegas. Los correspondientes al último de los yacimientos han sido realizados en los mismos laboratorios bajo la dirección de Marc Gener.

Uno de los objetivos principales de estos análisis ha sido la determinación de la composición química de las muestras, mediante espectrometría de fluorescencia de rayos X (FRX), para determinar si se trataba de materiales cerámicos con propiedades refractarias y, en caso afirmativo, cuáles eran sus cualidades.

Los resultados del análisis químico de la muestra de la pared de horno de la ferrería de monte de Peñas Negras han determinado un elevado contenido de óxido de silicio (SiO_2 , 76,70%) y moderado de óxido de aluminio (Al_2O_3 , 13,50%). El contenido de óxido de hierro (Fe_2O_3) se sitúa en 6,50%. Se trata de un material cerámico no calcáreo ni margoso, ya que las concentraciones de óxido de calcio (CaO) son inferiores a 5% (0,12%) y las de óxido de magnesio (MgO) también son muy reducidas (0,31%). La suma de SiO_2 y de Al_2O_3 alcanza el 90,20%, lo que resulta en un material con buenas propiedades térmicas y, por tanto, características refractarias, que podría haberse obtenido con la adición de arena a un sedimento arcilloso. El contenido de óxido de potasio (K_2O) es de 1,83%, que puede proceder del propio sedimento arcilloso, aunque no puede descartarse la presencia de feldespato potásico en la arena posiblemente añadida.

Los resultados del análisis de pared de horno de Callejaverde se han obtenido extrayendo dos muestras de la misma pared (CVD-1 y CVD-2), dando un resultado muy similar a los obtenidos en la muestra anterior. La suma de SiO_2 y de Al_2O_3 es de 87,60% en la muestra CVD-2 (perteneciente a la parte externa pared del horno), mientras que en la pared interna que se haya vitrificada y escoriificada (CVD-1), el porcentaje de esta suma es algo inferior (85,28%). De todas formas, estos valores indican igualmente unas buenas propiedades térmicas del material. Asimismo, la muestra CVD en general, también puede considerarse un material cerámico no calcáreo ni margoso, ya que los contenidos de óxidos de calcio (CaO , 0,15-1,29%) y magnesio (MgO , 0,23-0,27) son muy bajos. La concentración de óxido de hierro (Fe_2O_3) fue un poco más elevada (entre 8,08 y 8,99%) que en la muestra del yacimiento anterior, así como en el contenido de óxido de potasio (K_2O , 2,55-2,77%). La relativamente mayor concentración de Fe_2O_3 en la muestra CVD-1, procedente de la pared interna del horno, podría ser debida a que la muestra se hubiera contaminado con hierro

procedente de los procesos metalúrgicos para los que se usaba el horno. Por lo demás, el material de esta muestra también podría haberse obtenido a partir de un sedimento arcilloso al que se hubiera añadido una arena más o menos feldespática, ya que en este caso el porcentaje de óxido de potasio (K_2O) es incluso algo mayor.

Los resultados del análisis químico de una muestra de pared de horno de Arrastaleku 1 son también similares a los ya descritos. Se ha analizado la muestra en diversas zonas y en todos los casos el resultado es una composición muy similar, sin diferencias significativas entre las zonas más rojizas y las más claras. Se determina una composición con un elevado contenido de SiO_2 (entre 88,84-90,55%) y moderado de Al_2O_3 (entre 5,73-6,42%). Se trata de un material cerámico no calcáreo ni margoso, ya que el contenido de CaO es muy bajo (entre 0,64-0,67%) y no se detecta contenido de MgO . La concentración de óxido de hierro es más reducida que en los casos anteriores (entre 3,62-4,15%). El elevado contenido de SiO_2 y de Al_2O_3 genera un material consistente, con unas buenas propiedades refractarias, adecuadas para la función a la que estaba destinado. Este material podría haberse obtenido por la adición de arena silícea a un sedimento arcilloso que en este caso no sería feldespática, pues no se ha detectado K_2O .

En resumen, estos análisis químicos determinan en todos los casos un material con buenas propiedades térmicas y, por tanto, características refractarias, que podría haberse obtenido con la adición de arena a un sedimento arcilloso. Por lo tanto, a la hora de construir las paredes de hornos seleccionaron un material con buenas propiedades refractarias elaborado mediante la adición de arenas silíceas y en algunas ocasiones feldespáticas a unas arcillas no calcáreas ni margosas.

Los análisis mineralógicos mediante difracción de rayos X (DRX) determinaron que las muestras estuvieron sometidas a temperaturas superiores a 1.000°C¹¹⁸. Por lo tanto, los ferrones que trabajaron en estos tres yacimientos diferentes, seleccionaron y mezclaron de modo similar materiales para crear unas paredes técnicas que soportasen con garantías los 1.300°C que alcanzaban aquellos hornos de reducción.

5.3. ANÁLISIS ANTRACOLÓGICOS

En lo referente a las condiciones del medio natural a la hora de suministrar combustible a las ferrerías de monte vizcaínas, los estudios antracológicos de Lydia Zapata han sido los únicos que hasta el momento han aportado interesantes datos al respecto.

Para el yacimiento medieval de Oiola IV (Trapagaran), esta autora confirma el uso en los siglos X-XIII de madera de roble, haya, aliso y avellano como especies más frecuentes para hacer carbón en el entorno de aquella haizeola (Zapata 1994). Junto a estas especies aparecen también otras como el sauce, abedul, rosáceas, madroño, alacrán, aligustre, fresno y acebo. Aunque parece que se aprovechaba toda la madera disponible, la del roble

118 En el caso de la muestra CVD 1, procedente del interior de un horno, se detectó presencia de fase vítrea amorfa, así como la fase cristobalita de alta temperatura, lo cual indica que el material se sometió a una temperatura superior a los 1.050°C como mínimo.

es al parecer la más utilizada tanto en los hornos de tostación como en otras estructuras del citado yacimiento

Sin embargo, en otro caso del estudio realizado por la misma autora sobre la excavación de la ferrería de monte de Ilso-Betaio (Sopuerta), atribuida al siglo X, sobre una amplia muestra de 97 carbones recogidos del relleno de uno de los dos hornos de calcinación hallados, casi el 90 % de los ejemplares eran de haya, siendo el roble y acebo en este caso testimoniales, sin bien hay que tener en cuenta que este yacimiento se halla en torno a los 700 metros de altitud, zona donde habían de proliferar los hayedos (Gorrotxategi *et al.* 1993).

En los estudios radiocarbónicos que hemos realizado para nuestro proyecto de investigación, hemos seleccionado y analizado gracias a la colaboración de la profesora Zapata en el Laboratorio de Antracología de la Universidad del País Vasco, todos los carbones que posteriormente se enviaban a datar así como algún otro ejemplar de los mismos yacimientos. Los resultados obtenidos respecto a 19 muestras analizadas constatan, en las épocas entre el siglo III d.C. y el siglo XIII y para *haizeolak* extendidas a lo largo del territorio vizcaíno, la presencia recurrente en el entorno de los talleres de producción del *quercus sub. quercus* (que probablemente sea roble aunque también puede ser quejigo o marojo), utilizado casi un 50%, y del haya, usado en un 35%. Además existen casos individuales de espino y avellano y alguna rosácea¹¹⁹. Teniendo en cuenta que la muestra en sí es escasamente representativa respecto al conjunto y geográficamente dispersa tomaremos los datos con la precaución que se merecen a la espera de nuevos análisis.

En definitiva, si realizamos una valoración de conjunto de los análisis antracológicos realizados por la profesora Zapata asociados a los tres casos de estudio mencionados referentes a ferrerías de monte de Bizkaia, se puede apreciar que el carbón de madera destaca por su abundancia entre los materiales recuperados en estos talleres de producción (Zapata 1997). En cuanto a las especies arbóreas utilizadas como combustible, parece que las preferidas eran aquellas de gran envergadura, como el roble y haya, que pueden aportar mayor rendimiento calorífico en la ferrería. No obstante, la diversidad de maderas utilizadas parece indicar que también se aprovechaban otras especies del entorno de menor tamaño¹²⁰, y esto es un hecho importante, porque parece que existe un aprovechamiento oportunista y no especializado de los recursos forestales en los montes vizcaínos.

Por otra parte, hemos de pensar también, que la construcción de la carbonera o "txondorra" exige participación de madera de tamaños variados (Gorrotxategi 1993). Por tanto, hoy por hoy, desconocemos en qué grado la selección de especies por parte de los ferrones se debió a sus características calóricas, o bien a razones económicas de aprovechamiento del entorno inmediato. No estaría de más que en el futuro realicemos una arqueología de las carboneras en el País Vasco al estilo de lo que ha ocurrido en otros lugares europeos (BURRI 2014)

Siendo este el capítulo más técnico de toda esta tesis doctoral, proporciona algunas conclusiones de carácter histórico significativas para entender la producción de hierro con tecnologías prehidráulicas.

1. En primer lugar, a través de los estudios arqueométricos de las escorias se ha podido caracterizar el ciclo completo de producción que ha tenido lugar en las ferrerías de monte. A partir del estudio realizado en Arrastaleku, se puede sugerir que estos talleres no eran solamente lugares de reducción del mineral, sino que también se realizaba en ellos una primera elaboración del hierro con el fin de que los lingotes pudiesen luego ser comercializados o intercambiados. Esto permite, por lo tanto, que se pudiese adquirir por distintas vías estos lingotes con los que posteriormente se realizaban los instrumentos de hierro en fraguas situadas en otros lugares. Dicho de otra forma, la preparación de productos semielaborados en las ferrerías permite la interacción interterritorial desde estos sitios de producción.

2. En segundo lugar, las temperaturas alcanzadas en estos hornos, tal y como se observa a partir del estudio de las paredes conservadas, confirman que si bien no alcanzan ni de lejos el punto de fusión del hierro, eran suficientemente eficaces para obtener tochos similares a los que se obtenían en otros talleres europeos contemporáneos. Dicho de otra forma, las *haizeolak* vascas no contaban con una tecnología más primitiva o más avanzada de la que se ha documentado en otros contextos europeos altomedievales (Mameli *et al.* 2013).

3. En tercer lugar, las formas de explotación del bosque que se pueden inferir a partir de los estudios antracológicos indican una gestión no especializada de los recursos forestales y el empleo oportunista de una amplia variedad de especies arbóreas. Este patrón, que contrasta con lo que se ha observado en lugares como Gasteiz en los siglos X-XI (Ruiz-Alonso *et al.* 2015) al SO caracterizados por una selección del combustible, es coherente con un modelo de explotación de los montes vizcaínos que se desarrolla en el seno de las comunidades locales. A partir de la Plena y la Baja Edad Media cambiará notablemente las formas de gestión de los bosques de todo el País Vasco en un contexto de creciente presión señorial y concejil sobre estos recursos (Aragon 2001). Presión que varía notablemente según el territorio, dado que existe un diferente grado de señorialización, muy elevado en territorio alavés respecto a los territorios costeros. Este hecho fue debido a que los *ricohombres* alaveses recibieron numerosas "*mercedes en dinero y especialmente en tierras, derechos, hombres y jurisdicciones*" mientras que los Parientes Mayores guipuzcoanos y vizcaínos reciben mercedes "*que apenas se concretaron en feudos de bolsa, la cesión de los derechos de patronatos sobre iglesias o licencias de construcción de ferrerías*" (Díaz de Durana 2002), aludiendo a la tradición ferrona que se hallaba a buen seguro bien asentada en estos territorios antes del siglo XIV gracias a las producciones prehidráulicas anteriores.

119 Datos inéditos ofrecidos por la autora de estos análisis: Lydia Zapata.

120 Tal es el caso de los análisis que hemos realizado en el territorio vecino de Gipuzkoa (*haizeola* de San Andrés de Astibarribia) donde el alto porcentaje de frutales pomóidos (29%) pudiera ser indicativo del empleo de un recurso inmediato que repercutiera en el abaratamiento del combustible a utilizar en esta ferrería de monte.