

Departamento de  
Prehistoria y Arqueología

Facultad de Geografía e  
Historia

UNED



Tesis Doctoral



**“ARQUEOMETRÍA: HIERRO Y FUEGO. TÉCNICAS  
ARQUEOMÉTRICAS APLICADAS AL ESTUDIO DE LOS  
HIERROS Y ACEROS PROTOHISTÓRICOS Y ROMANOS  
DE LA PENÍNSULA IBÉRICA SOMETIDOS A  
INCINERACIÓN O INCENDIO”**

Antonio Javier Criado Martín

Licenciado en Historia

Madrid, 2012



Departamento de Prehistoria y Arqueología, Facultad de  
Geografía e Historia

**“ARQUEOMETRÍA: HIERRO Y FUEGO. TÉCNICAS  
ARQUEOMÉTRICAS APLICADAS AL ESTUDIO DE LOS  
HIERROS Y ACEROS PROTOHISTÓRICOS Y ROMANOS  
DE LA PENÍNSULA IBÉRICA SOMETIDOS A  
INCINERACIÓN O INCENDIO”**

**Autor: Antonio Javier Criado Martín**

**Licenciado en Historia**

**Director: Jesús Francisco Jordá Pardo**

**Codirector: Antonio José Criado Portal**





*A la sabiduría de mi  
padre Antonio y al amor  
de mi madre Laura.*

*Al cariño de mi hermano  
Alex.*

*A mi amor, apoyo y  
aliento constante  
Lourdes.*



*¡Átrida y demás príncipes  
aqueos todos! Primeramente  
apagad con negro vino cuanto  
de la pira alcanzó la violencia  
del fuego: recojamos después  
los huesos de Patroclo  
Menetiada, distinguiéndolos  
bien, cubiertos por doble capa  
de grasa, donde se guarden  
hasta que yo descienda al  
Hades.*

Aquiles a Agamenón en el funeral  
de Patroclo.

**Canto XXIII, ILIADA.**

*Ardió tu cadáver adornado  
con vestidura de dios, con  
gran cantidad de unguento y  
dulce miel; agitáronse con sus  
armas multitud de héroes  
aqueos, unos a pie y otros en  
carros, en torno a la pira en  
que te quemaste; y prodújose  
un gran tumulto.*

Agamenón a Aquiles en el Hades.

**Canto XXIV, ODISEA.**



## **Agradecimientos.**

En primer lugar agradecer a los directores de esta tesis, Jesús Francisco Jordá Pardo y Antonio José Criado Portal, por su guía, paciencia y entrega absoluta para la realización de esta tesis doctoral.

Agradecer también al Grupo de Tecnología Mecánica y Arqueometalurgia su ayuda desinteresada en todo el proceso de elaboración de la tesis. Gracias Christian Dietz, Laura García y Juan Antonio Martínez.

Gracias al talento de Alfonso, técnico del Centro Nacional de Microscopía Electrónica, embarcado en esta aventura desde los orígenes, por su acierto e intuición a la hora de tomar la mejor micrografía. Han sido muchas sesiones y muchas horas.

Gracias a todas las personas e instituciones que han cedido piezas o han colaborado para la elaboración de la presente tesis desde distintos sitios de España: Alfredo Jimeno de Numancia a través del CAI de Arqueología y Arqueometría de la Universidad Complutense; Jesús Alonso y Paloma López Sebastián del Museo Armería Vitoria-Gasteiz; Ignacio Ruiz Vélez de Villanueva de Teba; Joaquín Barrio y Luis Berrocal Rangel del Castrejón de Capote; Fernando Penco del Museo del Cobre de Cerro Muriano; Jesús Jordá del Castro de San Chuís; Raquel Castelo de la Villa del Saucedo; Antonio Moreno Rosa del Aqua Augusta.

Gracias al apoyo, la ayuda y los consejos de Pilar San Nicolás que fue la primera que creyó en este trabajo desde el principio y con la que comenzó este apasionante viaje que culmina con la presente tesis.

También agradecer la disponibilidad absoluta que han tenido conmigo Eduardo Ferrer Albelda del Departamento de Prehistoria y Arqueología de la Universidad de Sevilla, Miguel Ángel Rogerio Candelera del Instituto de Recursos Naturales y Agrobiología de Sevilla

(CSIC) y Sebastián Vargas Vázquez del Departamento de Geografía, Historia y Filosofía de la Universidad Pablo Olavide.

Gracias a familiares y amigos por su apoyo anímico y moral en los buenos y en los malos momentos: Sonsoles, Cristina, Fernando, Fermín, Rafa, Carlos, Pablo, Richi, Recio, Isa, Carla, Clara y la tribu de Bollullos.

Gracias a mi madre Laura por el apoyo y el impulso constante para seguir luchando sin desfallecer.

Por último dar las gracias de manera muy especial a mi compañera de viaje por haber estado siempre y sin excepción a mi lado, dándome alas cuando me caía e insuflando fuerzas cuando se me agotaban. Escuchándome en mis charlas y quejas y cuando mi mente volaba reconstruyendo escenas milenarias. Ella podría perfectamente leer esta tesis por mí. Gracias por tu paciencia, amor, cariño, comprensión y tenacidad. Gracias Lourdes.

# ÍNDICES

---





## ÍNDICE ANALÍTICO

	<b>Página</b>
<b>1. INTRODUCCIÓN</b>	<b>1</b>
1.1. Justificación, antecedentes y desarrollo de la investigación	3
1.2. Hipótesis de trabajo y objetivos	9
1.3. Introducción a los ritos funerarios entre los pueblos prerromanos de la Península Ibérica	20
1.3.1. Contexto ibérico	21
1.3.2. Contexto celtibérico	25
1.3.3. Contexto celta	28
1.3.4. El agua como elemento presente en los ritos funerarios	29
1.3.5. Breve consideración sobre el rito funerario de cremación	33
1.4. Historiografía de la Arqueometalurgia en la Península Ibérica	34
1.5. Estado de la cuestión	44
1.5.1. Estado de la cuestión sobre el estudio de cremaciones	44
1.5.2. Estado de la cuestión sobre el estudio de muestras de acero de niveles de incendio	49
<b>2. CONTEXTOS ARQUEOLÓGICOS DE LAS PIEZAS OBJETO DE ESTUDIO</b>	<b>53</b>
2.1. Introducción	55
2.2. <i>Pillum</i> (Museo de Cobre, Cerro Muriano, Córdoba)	58
2.3. Falcata y cota de malla (Museo Armería de Vitoria-Gasteiz)	60
2.4. Tachuela, hebilla de placas de defensa y punta de lanza (Necrópolis de Villanueva de Teba, Burgos)	62
2.5. Pomo tipo Monte Bernorio (Necrópolis de La Hoya, Laguardia, Álava) (Museo Armería de Vitoria - Gasteiz)	64
2.6. Vaina B 22 tipo Miraveche - Monte Bernorio (Museo Armería de Vitoria - Gasteiz)	67
2.7. Vástago curvo (Castrejón de Capote, Higuera la Real, Badajoz)	70
2.8. Clavos de la Villa del Saucedo (Talavera la Nueva, Toledo)	73
2.9. Fíbula, pinzas, tijeras, clavo, regatón y punta de lanza de Numancia (Soria)	75
2.10. Clavos del castro de San Chuís (Allende, Asturias)	79
2.11. Clavo de acueducto <i>Aqua Augusta "Vetus"</i> de Córdoba	82

<b>3. TÉCNICA EXPERIMENTAL</b>	<b>85</b>
3.1. Introducción a la técnica experimental e instrumental	87
3.2. Preparación de las muestras arqueológicas	88
3.3. Preparación de las muestras experimentales	92
3.3.1. Preparación de las muestras experimentales de cremación	92
3.3.2. Preparación de las muestras experimentales de incendio	97
3.4. Descripción de las Técnicas Instrumentales	98
3.4.1. Microscopio Óptico	98
3.4.2. Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)	99
3.4.3. Microscopía Electrónica de Barrido de Emisión de Campo (SEM-FEG)	102
3.4.4. Microsonda Electrónica (EPMA)	103
<b>4. RESULTADOS</b>	<b>107</b>
4.1. Muestras arqueológicas de ritos crematorios	109
4.1.1. <i>Pillum</i> (Museo del Cobre, Cerro Muriano, Córdoba)	109
4.1.2. Falcata (Museo Armería de Vitoria-Gasteiz)	115
4.1.3. Tachuela, hebilla de placas de defensa y punta de lanza (Necrópolis de Villanueva de Teba, Burgos)	120
4.1.3.1. Tachuela	120
4.1.3.2. Hebilla de placas de defensa	126
4.1.3.3. Punta de lanza	131
4.1.4. Pomo tipo Monte Bernorio (Necrópolis de La Hoya, Laguardia, Álava) (Museo Armería de Vitoria-Gasteiz)	134
4.1.5. Vaina B 22 tipo Miraveche - Monte Benorio (Museo Armería de Vitoria-Gasteiz)	138
4.1.6. Vástago curvo (Castrejón de Capote, Higuera la Real, Badajoz)	142
4.2. Muestras arqueológicas de niveles de incendio	145
4.2.1. Cota de malla (Museo Armería de Vitoria-Gasteiz)	145
4.2.2. Clavos de la Villa del Saucedo (Mérida)	150
4.2.2.1. Clavo C-013	152
4.2.2.2. Clavo C-022	156
4.2.3. Fíbula, pinzas, tijeras, clavo, regatón y punta de lanza de Numancia (Soria)	158

4.2.3.1.	Fíbula	158
4.2.3.2.	Pinzas	161
4.2.3.3.	Tijeras	163
4.2.3.4.	Clavo	166
4.2.3.5.	Regatón	168
4.2.3.6.	Punta de lanza	170
4.3.	Muestras arqueológicas sin ciclo térmico final	174
4.3.1.	Clavos del castro de San Chuís (Allende, Asturias)	175
4.3.1.1.	Clavo E 12-9 (SC-1)	175
4.3.1.2.	Clavo D 16-45 (SC-2)	177
4.3.2.	Clavo del acueducto <i>Aqua Augusta "Vetus"</i> de Córdoba	179
4.4.	Muestras experimentales	182
4.4.1.	Reproducción experimental de las microestructuras del ciclo térmico de incineración	182
4.4.1.1.	Tratamiento térmico inicial	195
4.4.1.2.	Nucleación	195
4.4.1.3.	Crecimiento	196
4.4.2.	Reproducción experimental de las microestructuras del ciclo térmico de incendio	202
4.4.2.1.	Tratamiento térmico campo bifásico ferrita-austenita	205
4.4.2.2.	Escalonamiento	205
4.4.2.3.	Globulización y crecimiento	208
4.4.2.4.	Tratamiento térmico campo monofásico austenita	210
4.4.2.5.	Escalonamiento	211
4.4.2.6.	Globulización y crecimiento	213
<b>5.</b>	<b>Discusión de Resultados</b>	<b>217</b>
5.1.	Discusión de resultados: aceros incinerados	219
5.2.	Discusión de resultados: aceros de niveles de incendio	226
<b>6.</b>	<b>Conclusiones</b>	<b>235</b>
6.1	Objetivos	237
6.2	Conclusiones físico-químicas y metalográficas	239

6.3	Conclusiones histórico-arqueológicas	245
<b>7.</b>	<b>Apéndice</b>	<b>249</b>
7.1	Glosario	251
7.2	Unidades de medida	256
<b>8.</b>	<b>Bibliografía</b>	<b>257</b>
<b>9.</b>	<b>Webgrafía</b>	<b>273</b>

## ÍNDICE FIGURAS

	<b>Página</b>
<b>Figura 1</b>	Alto Horno de la Edad del Hierro 11
<b>Figura 2</b>	Alto Horno de la Edad del Hierro 11
<b>Figura 3</b>	Diagrama de Equilibrio Hierro- Carbono 14
<b>Figura 4</b>	Mapa cronoespacial de los yacimientos de las piezas objeto de estudio 56
<b>Figura 5</b>	Línea del tiempo de la cronología de las piezas objeto de estudio 57
<b>Figura 6</b>	Cerro Muriano (Córdoba) 59
<b>Figura 7</b>	Vista del Cerro de la Coja (Cerro Muriano, Córdoba) 59
<b>Figura 8</b>	Vitoria-Gasteiz 61
<b>Figura 9</b>	Museo-Armería de Vitoria-Gasteiz 61
<b>Figura 10</b>	Villanueva de Teba (Burgos) 62
<b>Figura 11</b>	Necrópolis de Villanueva de Teba (Burgos) 64
<b>Figura 12</b>	La Hoya, Laguardia (Álava) 65
<b>Figura 13</b>	Vista general yacimiento de La Hoya, Laguardia (Álava) 66
<b>Figura 14</b>	Miraveche (Burgos) 69
<b>Figura 15</b>	Vista general de Miraveche (Burgos) 70
<b>Figura 16</b>	Capote (Higuera la Real, Badajoz) 71
<b>Figura 17</b>	Castrejón de Capote (Higuera la Real, Badajoz) 72
<b>Figura 18</b>	Castrejón de Capote (Higuera la Real, Badajoz) 73
<b>Figura 19</b>	Villa del Saucedo, Talavera la Nueva (Toledo) 74
<b>Figura 20</b>	Villa del Saucedo, Talavera la Nueva (Toledo) 75
<b>Figura 21</b>	Numancia (Garray, Soria) 76
<b>Figura 22</b>	Vista general de la ciudad celtibérica de Numancia (Garray, Soria) 78
<b>Figura 23</b>	Vista aérea de la ciudad celtíbera de Numancia 78
<b>Figura 24</b>	San Chuís (Allande, Asturias) 80
<b>Figura 25</b>	Castro de San Chuís, vista general desde el NE (Allande, Asturias) 80
<b>Figura 26</b>	Castro de San Chuís (Allande, Asturias) 81

<b>Figura 27</b>	Córdoba (Andalucía)	83
<b>Figura 28</b>	Acueducto <i>Aqua Augusta "Vetus"</i> (Córdoba)	84
<b>Figura 29</b>	Máquina desbastadora	89
<b>Figura 30</b>	Máquina pulidora	90
<b>Figura 31</b>	Ejemplo de probeta pulida	91
<b>Figura 32</b>	Sistemas de <i>Sputtering</i>	92
<b>Figura 33</b>	Horno de Resistencia de Carbolite	93
<b>Figura 34</b>	Proceso encapsulamiento	94
<b>Figura 35</b>	Proceso tratamiento térmico muestras experimentales de incineración	95
<b>Figura 36</b>	Microcortadora	96
<b>Figura 37</b>	Probetas de las muestras de acero experimental de incineración	96
<b>Figura 38</b>	Microscopio Óptico	99
<b>Figura 39</b>	Microscopio Electrónico de Barrido	100
<b>Figura 40</b>	Microscopio Electrónico de Barrido de Emisión de Campo	103
<b>Figura 41</b>	Microsonda Electrónica	104
<b>Figura 42</b>	<i>Pillum</i> (Museo del Cobre, Cerro Muriano, Córdoba)	109
<b>Figura 43</b>	<i>Pillum</i> Microscopio Óptico	110
<b>Figura 44</b>	<i>Pillum</i> Microscopio Óptico	110
<b>Figura 45</b>	<i>Pillum</i> MEB	111
<b>Figura 46</b>	<i>Pillum</i> MEB	112
<b>Figura 47</b>	<i>Pillum</i> MEB	112
<b>Figura 48</b>	<i>Pillum</i> SEM-FEG	113
<b>Figura 49</b>	<i>Pillum</i> SEM-FEG	114
<b>Figura 50</b>	<i>Pillum</i> SEM-FEG	114
<b>Figura 51</b>	<i>Pillum</i> EPMA	115
<b>Figura 52</b>	Falcata (Museo Armería de Vitoria-Gasteiz)	116
<b>Figura 53</b>	Falcata Microscopía Óptica.	116
<b>Figura 54</b>	Falcata MEB	117
<b>Figura 55</b>	Falcata MEB	118

<b>Figura 56</b>	Falcata MEB	118
<b>Figura 57</b>	Falcata MEB	119
<b>Figura 58</b>	Falcata EPMA	119
<b>Figura 59</b>	Probeta tachuela necrópolis de Villanueva de Teba (Burgos)	120
<b>Figura 60</b>	Tachuela Microscopía Óptica	121
<b>Figura 61</b>	Tachuela Microscopía Óptica	121
<b>Figura 62</b>	Tachuela MEB	122
<b>Figura 63</b>	Tachuela MEB	123
<b>Figura 64</b>	Tachuela MEB	123
<b>Figura 65</b>	Tachuela MEB	124
<b>Figura 66</b>	Tachuela SEM-FEG	125
<b>Figura 67</b>	Tachuela SEM-FEG	125
<b>Figura 68</b>	Tachuela SEM-FEG	126
<b>Figura 69</b>	Hebilla de placas de defensa necrópolis de Villanueva de Teba (Burgos)	127
<b>Figura 70</b>	Hebilla de placas de defensa necrópolis de Villanueva de Teba (Burgos)	127
<b>Figura 71</b>	Hebilla Microscopía Óptica	128
<b>Figura 72</b>	Hebilla Microscopía Óptica	128
<b>Figura 73</b>	Hebilla MEB	129
<b>Figura 74</b>	Hebilla MEB	130
<b>Figura 75</b>	Hebilla MEB	130
<b>Figura 76</b>	Hebilla MEB	131
<b>Figura 77</b>	Probeta punta de lanza necrópolis de Villanueva de Teba (Burgos)	132
<b>Figura 78</b>	Punta de lanza MEB	132
<b>Figura 79</b>	Punta de lanza MEB	133
<b>Figura 80</b>	Punta de lanza MEB	133
<b>Figura 81</b>	Pomo tipo Monte Bernorio (Necrópolis de La Hoya, Laguardia, Álava)	134
<b>Figura 82</b>	Pomo Microscopía Óptica	135
<b>Figura 83</b>	Pomo MEB	136
<b>Figura 84</b>	Pomo MEB	136
<b>Figura 85</b>	Pomo MEB	137

<b>Figura 86</b>	Pomo MEB	138
<b>Figura 87</b>	Vaina B 22 Miraveche-Monte Bernorio (Museo Armería de Vitoria-Gasteiz)	139
<b>Figura 88</b>	Vaina Microscopía Óptica	139
<b>Figura 89</b>	Vaina MEB	141
<b>Figura 90</b>	Vaina MEB	141
<b>Figura 91</b>	Vaina MEB	142
<b>Figura 92</b>	Vástago curvo (Castrejón de Capote, Higuera la Real, Badajoz)	143
<b>Figura 93</b>	Vástago MEB	143
<b>Figura 94</b>	Vástago MEB	144
<b>Figura 95</b>	Vástago MEB	145
<b>Figura 96</b>	Probeta cota de malla (Museo Armería de Vitoria-Gasteiz)	146
<b>Figura 97</b>	Cota de malla SEM-FEG	147
<b>Figura 98</b>	Cota de malla SEM-FEG	147
<b>Figura 99</b>	Cota de malla SEM-FEG	148
<b>Figura 100</b>	Cota de malla SEM-FEG	149
<b>Figura 101</b>	Clavos Villa del Saucedo (Talavera de la Reina, Toledo)	150
<b>Figura 102</b>	Clavo C-013	151
<b>Figura 103</b>	Clavo C-022	151
<b>Figura 104</b>	C-013 Microscopía Óptica	153
<b>Figura 105</b>	C-013 MEB	154
<b>Figura 106</b>	C-013 MEB	154
<b>Figura 107</b>	C-013 MEB	155
<b>Figura 108</b>	C-013 MEB	155
<b>Figura 109</b>	C-022 Microscopía Óptica	157
<b>Figura 110</b>	C-022 MEB	157
<b>Figura 111</b>	C-022 MEB	158
<b>Figura 112</b>	Probeta fíbula de Numancia (Soria)	159
<b>Figura 113</b>	Fíbula MEB	160
<b>Figura 114</b>	Fíbula MEB	160
<b>Figura 115</b>	Probeta pinzas de Numancia (Soria)	162



<b>Figura 116</b>	Pinzas MEB	162
<b>Figura 117</b>	Pinzas MEB	163
<b>Figura 118</b>	Probeta tijeras de Numancia (Soria)	164
<b>Figura 119</b>	Tijeras MEB	165
<b>Figura 120</b>	Tijeras MEB	165
<b>Figura 121</b>	Probeta clavo de Numancia (Soria)	166
<b>Figura 122</b>	Clavo MEB	167
<b>Figura 123</b>	Clavo MEB	167
<b>Figura 124</b>	Probeta regatón de Numancia (Soria)	168
<b>Figura 125</b>	Regatón MEB	169
<b>Figura 126</b>	Regatón MEB	169
<b>Figura 127</b>	Probeta de la muestra de la punta de lanza de Numancia (Soria)	170
<b>Figura 128</b>	Punta de lanza MEB	171
<b>Figura 129</b>	Punta de lanza MEB	171
<b>Figura 130</b>	Punta de lanza MEB	172
<b>Figura 131</b>	Punta de lanza SEM-FEG	173
<b>Figura 132</b>	Punta de lanza SEM-FEG	173
<b>Figura 133</b>	Punta de lanza SEM-FEG	174
<b>Figura 134</b>	Clavo E 12-9 del Castro de San Chuís (Allande, Asturias)	176
<b>Figura 135</b>	E 12-9 MEB	176
<b>Figura 136</b>	E 12-9 MEB	177
<b>Figura 137</b>	Clavo D 16-45 del Castro de San Chuís (Allande, Asturias)	178
<b>Figura 138</b>	D 16-45 MEB	178
<b>Figura 139</b>	D 16-45 MEB	179
<b>Figura 140</b>	Clavo <i>Aqua Augusta "Vetus"</i> (Córdoba)	180
<b>Figura 141</b>	Clavo MEB	180
<b>Figura 142</b>	Clavo MEB	181
<b>Figura 143</b>	Clavo MEB	181
<b>Figura 144</b>	Cambios microestructurales reacción eutécticoide de formación de perlita	183
<b>Figura 145</b>	Acero en estado de recepción MEB	185

<b>Figura 146</b>	Colonia Perlítica MEB	185
<b>Figura 147</b>	Precipitación carbono en la matriz ferrítica MEB	186
<b>Figura 148</b>	984 horas de envejecimiento artificial MEB	188
<b>Figura 149</b>	Detalle Figura 148	188
<b>Figura 150</b>	1176 horas de envejecimiento artificial MEB	189
<b>Figura 151</b>	Detalle formación carburos de hierro MEB	189
<b>Figura 152</b>	6000 horas de envejecimiento artificial MEB	190
<b>Figura 153</b>	8000 horas de envejecimiento artificial MEB	190
<b>Figura 154</b>	Formación carburos de hierro con 24 horas MEB contrastado	191
<b>Figura 155</b>	Formación carburos de hierro con 4 semanas MEB contrastado	192
<b>Figura 156</b>	Formación carburos de hierro con 7 semanas MEB contrastado	192
<b>Figura 157</b>	Formación carburos de hierro con 6000 horas MEB contrastado	193
<b>Figura 158</b>	Formación carburos de hierro con 10000 horas MEB contrastado	193
<b>Figura 159</b>	Falcata MEB contrastado	194
<b>Figura 160</b>	Hebilla MEB contrastado	194
<b>Figura 161</b>	Gráfica número de núcleos formados en función semanas de tratamiento	196
<b>Figura 162</b>	Tamaño medio y máximo de los precipitados en función semanas de tratamiento	197
<b>Figura 163</b>	24 horas: número de núcleos de carburos de hierro y distribución de tamaños	198
<b>Figura 164</b>	1 semana: número de núcleos de carburos de hierro y distribución de tamaños	198
<b>Figura 165</b>	4 semanas: número de núcleos de carburos de hierro y distribución de tamaños	199
<b>Figura 166</b>	7 semanas: número de núcleos de carburos de hierro y distribución de tamaños	199
<b>Figura 167</b>	35 semanas: número de núcleos de carburos de hierro y distribución de tamaños	200
<b>Figura 168</b>	47 semanas: número de núcleos de carburos de hierro y distribución de tamaños	200
<b>Figura 169</b>	59 semanas: número de núcleos de carburos de hierro y distribución de tamaños	201
<b>Figura 170</b>	Número de carburos de hierro, distribución en tamaños en función del tiempo	202
<b>Figura 171</b>	Acero en estado de recepción MEB	204
<b>Figura 172</b>	Primera etapa escalonamiento cementita MEB	206
<b>Figura 173</b>	Cementita globulizada en posición antiguas colonias perlíticas MEB	206
<b>Figura 174</b>	Colonia con fases de escalonamiento y globulización MEB	207
<b>Figura 175</b>	Comparación microestructuras AISI 1005 y lanza de Numancia MEB	208

<b>Figura 176</b>	Comparación colonias perlíticas AISI 1005 y lanza de Numancia MEB	208
<b>Figura 177</b>	Colonia con cementita globulizada MEB	209
<b>Figura 178</b>	Comparación microestructuras AISI 1005 la lanza de Numancia MEB	210
<b>Figura 179</b>	Cementita en proceso de escalonamiento MEB	211
<b>Figura 180</b>	Fases globulización MEB	212
<b>Figura 181</b>	Comparación microestructuras AISI 1005 y tijeras de Numancia MEB	213
<b>Figura 182</b>	Cementita globulizada MEB	214
<b>Figura 183</b>	Comparación microestructuras AISI 1005 y tijeras de Numancia MEB	215
<b>Figura 184</b>	Detalle del Diagrama de Equilibrio Hierro-Carbono	222
<b>Figura 185</b>	Esquema proceso precipitación de los carburos de hierro	223
<b>Figura 186</b>	Resultado final del envejecimiento natural de piezas arqueológicas incineradas	224
<b>Figura 187</b>	Esquema fase de engrosamiento de los carburos de hierro	226
<b>Figura 188</b>	Formación de microestructuras según temperatura y velocidad de enfriamiento	228
<b>Figura 189</b>	Fase de escalonamiento de la cementita	229
<b>Figura 190</b>	Fase de segmentación de la cementita	229
<b>Figura 191</b>	Fase de globulización de la cementita	230
<b>Figura 192</b>	Localización inicial colonia perlítica MEB	233
<b>Figura 193</b>	Cementita globulizada precipitada en matriz ferrítica MEB	234



## ÍNDICE TABLAS

	<b>Página</b>
<b>Tabla 1</b> Piezas objeto de estudio	55



# 1. INTRODUCCIÓN

---





## **1.1 Justificación, antecedentes y desarrollo de la investigación**

La presente tesis doctoral se enmarca dentro del campo de la Arqueometría y más concretamente en el de la Arqueometalurgia. Esta disciplina básicamente se ocupa del estudio de todo tipo de piezas arqueológicas de naturaleza metálica, desde sus características macroscópicas a las microscópicas, aportando información tanto sobre los procesos de extracción del metal a partir del mineral, como de los niveles tecnológicos que alcanzaron los diferentes pueblos para transformar la materia prima en objetos útiles para diferentes usos.

La Metalurgia es la manifestación prehistórica más avanzada en el conocimiento de los recursos naturales. La utilización directa de los materiales más accesibles, como ramas, piedras o hueso, va acompañada de transformaciones que modifican la forma de los soportes para darles la condición de objetos, útiles, ornamentos o armas. En un sistema de producción artificial, la materia prima natural se modifica en sus características físico-químicas: la cerámica y el metal representan estas novedades. En este contexto, la Metalurgia requiere técnicas más elaboradas en relación con las organizaciones económicas y sociedades específicas. ¿Qué esperaba el hombre prehistórico de estos nuevos materiales que eran los metales? En principio señalar que de los 70 elementos metálicos naturales, los hombres prehistóricos y, en general, los de la Antigüedad, no usaron más que una decena: oro, plata, plomo, cobre, estaño, antimonio, platino, arsénico, mercurio, hierro y zinc (Mohen, 1992: 9-18). Su poder de atracción emanaba de algunas características comunes: su color, su brillo, su poder reflectante, su maleabilidad, su colabilidad y su fácil reciclaje (Wheeler y Maddin, 1980: 99-126).

La importancia de los metales fue y sigue siendo tal que la Historia de la Humanidad se divide en etapas asociadas a los metales. De esta forma el filósofo y atomista Tito Lucrecio Caro (siglo I a. C.), en su obra

*De Rerum Natura*, divide la Historia del Ser Humano en tres etapas, cada una designada por un metal: Edad de Oro, Edad de Bronce y Edad de Hierro. Ya en el siglo XIX los arqueólogos daneses, entre los que destaca Christian Thomsen Jürgensen, elaboran un sistema tripartito que divide las diferentes etapas de la Historia de la siguiente forma: Edad de la Piedra, al final de la cual aparecen el oro y el cobre; Edad del Bronce; Edad del Hierro. Esta visión se aplicó a la clasificación de las colecciones del nuevo Museo Nacional de Dinamarca en Copenhage y a partir de ese momento se generalizó (Jorge, 1987: 1-15), evidenciándose que los metales son protagonistas de las diferentes etapas de la existencia de la Humanidad. Su importancia fue tal que los reinos e imperios de la Antigüedad se basaban en objetivos socioeconómicos, políticos y militares buscando el control de los diferentes metales: supervisión de las fuentes, extracción del mineral, fabricación de armas, útiles o monedas, circuitos de distribución, etc.

Basándonos en Rovira (Rovira, 2004: 9-40), la investigación arqueometalúrgica cuenta con tres fuentes básicas de información: el registro arqueológico, el análisis en el laboratorio de los materiales metálicos hallados y la replicación experimental. Del registro arqueológico se obtienen los objetos relacionados con los procesos metalúrgicos, cuyo conjunto abarca desde el mineral, que sirve para obtener el metal, hasta los propios objetos acabados. Estos materiales son sometidos en el laboratorio a una serie de pruebas para determinar su naturaleza, composición química, estructuras, etc. con el fin de extraer información sobre los procesos físico-químicos que los originaron y su posición en las diferentes cadenas operativas de producción. La replicación experimental permite confirmar si los procesos deducidos de las analíticas son realizables en la práctica.

De esta forma los metales y aleaciones son auténticos testigos y vectores de información privilegiada para el conocimiento de hechos acaecidos en tiempos prehistóricos e históricos; además de ser

herramientas científicas irrefutables e indispensables para el arqueólogo e historiador en la construcción razonada de la Historia. La Arqueometalurgia es la "Arqueometría del Metal", tratándose de una ciencia joven pero con una contrastada experiencia. Los trabajos de laboratorio son ya clásicos en el estudio de la Arqueometalurgia o Metalurgia Antigua. Su avance es imparable y se refuerza cada vez más ya que las hipótesis son contrastadas experimentalmente y los métodos de análisis y estudio, posibilitan la comparación científica de los resultados. La síntesis arqueometalúrgica debe hacerse teniendo en cuenta multitud de datos. Éstos se reflejan finalmente en una interpretación de la Historia más objetiva y enriquecedora de los hechos que se estudian.

Cómo en todas las ciencias experimentales, también en la Arqueometalurgia hay dos maneras de actuación, una más tecnológica y otra más científica (Criado *et al.*, 2000: 26; Criado *et al.*, 2000: 149-160; Criado *et al.*, 2003: 231-260; Criado y Martínez, 2004: 107-117; Criado y Martínez, 2005: 550-591). La primera se limita a realizar análisis químicos, identificación de derrames, escorias, lingotes, moldes, estudios de minería, metalurgia extractiva y procesos de fabricación de metales y aleaciones, moldeo, forja, etc. Por otro lado, la más científica, investiga vectores para poder interpretar a través de análisis químicos, metalográficos y mecánicos, una información más allá de la tecnológica. Éstos deben servir como testigos inequívocos y eficaces de lo que ocurrió a su alrededor, aportando una información que por la vía tecnológica no es posible, ya que los análisis y la observación directa no puede extraer una información tan sutil.

En el grupo de investigación, en el cual se ha desarrollado el grueso del presente trabajo, ha estado dedicado, en un gran porcentaje de tiempo y recursos, a la investigación científica básica aplicada a la Arqueometalurgia, realizando también trabajos de reproducción y rescate de antiguas tecnologías de fabricación de los

más variados objetos fabricados con metales y aleaciones. De esta manera, además de rescatar antiguas tecnologías de fabricación, como la obtención de pátinas de magnetita y de bronce-magnetita en la panoplia de armas de la cultura celtibérica Monte Bernorio-Miraveche (Criado *et al.*, 2009: 377-393), la fabricación de acero de Damasco y de las espadas forjadas con él (Criado *et al.*, 1997: 44-49) y la fabricación de espadas con acero de Toledo (Criado *et al.*, 2000: 315-325; Criado *et al.*, 2000: 54-60; Criado *et al.*, 2001: 78-85; Criado *et al.*, 2007: 172-181), se ha investigado de forma profunda y continuada en una vertiente científica básica de datación de hierros y aceros antiguos (Criado *et al.*, 2000: 370-379; Criado *et al.*, 2001: 221-232; Criado *et al.*, 2001: 325-337; Criado *et al.*, 2004: 145-151; Criado *et al.*, 2006: 1-5), análisis isotópico de plomo para averiguar el origen geográfico de las materias primas con que se fabricaron objetos arqueológicos metálicos (Criado *et al.*, 1999: 10-14; Criado y Penco, 2002: 9-21), estructuras metalográficas en piezas de acero halladas en niveles de incendio y sometidas a tal (Criado *et al.*, 2000: 149-160; Criado *et al.*, 2000: 26; Criado *et al.*, 2003: 231-260; Criado y Martínez, 2004: 107-117; Criado y Martínez, 2004: 107-115) y estructuras metalográficas en piezas de acero sometidas a procesos de incineración (Criado Martín *et al.*, 2009: 105-130).

En concreto, en el estudio de piezas arqueológicas sometidas a procesos de incineración, tema de la presente tesis, se observó como ciertas muestras ofrecían unas microestructuras que no se documentaban en otros objetos de acero y hierro coetáneos y modernos. Se procedió a su interpretación metalográfica y reproducción en laboratorio, tal como propone Rovira (Rovira, 2004: 9-40). En este caso se interpretó que la microestructura se había conformado debido a un subenfriamiento fuerte desde altas temperaturas (campo austenítico) con el paso de miles de años, debido a que este gradiente térmico debía haber retenido el carbono en la

matriz ferrítica y sólo era posible que lo segregara en la forma que lo había hecho (en carburos de hierro idiomórficos) con un amplio margen de tiempo.

La reproducción experimental consistió en tomar muestras del acero experimental AISI 1005 que posee similares características que los hierros y aceros arqueológicos, siendo fundamental su bajo contenido en carbono. Se elevó la temperatura en un Horno de Resistencia de Carbolite hasta el campo austenítico (1000° C) y después se enfrió al aire provocando un fuerte gradiente térmico.

El siguiente paso fue el envejecimiento artificial elevando la temperatura a 300° C que favorece la precipitación de los carburos de hierro pero sin llegar a la globulización. Se necesitaron más de 10000 horas obteniendo unas microestructuras coincidentes con las arqueológicas.

Se decidió profundizar comparando con otras microestructuras provocadas por otro tipo de ciclo térmico final. Se tomaron muestras de aceros de niveles de incendio y se analizaron metalográficamente. Las imágenes ofrecieron una topografía completamente diferente con la aparición de glóbulos de cementita. La interpretación, basándonos en el Diagrama de Equilibrio Hierro – Carbono, es que en este caso se produjo un calentamiento fuerte, cerca o superando la temperatura de la eutectoide, con un rango de temperaturas desde los 720° C a los 900° C, con un posterior enfriamiento lento.

Se pudo observar la existencia de dos tipos de difusión de la globulización de la cementita. La primera en las antiguas colonias perlíticas y límites de grano ferrítico y la segunda por toda la matriz ferrítica. Este hecho se interpretó que dependiendo de si la pieza estuvo en el campo monofásico austenítico durante un mínimo de 400 segundos o en el bifásico austenita-ferrita, la precipitación de los glóbulos de cementita se produce por toda la matriz ferrítica, en el

primer caso, o en las antiguas colonias perlíticas y límites de grano, en el segundo caso (Calvo *et al.*, 1981: 1-61; Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23)

La reproducción experimental consistió en este caso en dos ensayos, de nuevo con el acero experimental AISI 1005: en el primero, para obtener la globulización de la cementita en las antiguas colonias perlíticas, se elevó la temperatura entre los 750° C y 780° C entre 10 y 30 minutos, entrando en el campo bifásico austenita ferrita, en el cual la colonia perlítica transforma a austenita y la ferrita resulta inalterada, dejándose enfriar lentamente en el horno con un gradiente térmico de 1° C por minuto. En el segundo, para obtener la perlita globulizada precipitada en toda la matriz ferrítica fue necesario elevar la temperatura hasta el campo monofásico de la austenita (900° C entre 10 y 30 minutos) en el cual se disuelve todo el carbono presente. Posteriormente se enfrió lentamente a razón de 1° C por minuto. Los resultados en ambos casos fueron un éxito.

La razón de emplear menos tiempo en los ensayos de microestructuras de incendio que de incineración es debido a que en el primer caso la globulización de la cementita es rápida a alta temperatura y con un enfriamiento lento, mientras que en el caso de la incineración, debido al subenfriamiento brusco, necesita mucho tiempo para segregar los carburos de hierro.

Por último también se observaron las microestructuras de aceros arqueológicos que no hubieran sufrido un ciclo térmico final, ofreciendo imágenes, de nuevo, completamente diferentes y que hoy en día se pueden distinguir en piezas laminadas en caliente y enfriadas al aire desde el campo austenítico (a unos 900° C).

## **1.2. Hipótesis de trabajo y objetivos**

La investigación del presente trabajo pretende obtener un vector de probada fiabilidad para asegurar si una pieza de acero o hierro ha sufrido un proceso de incineración, otros procesos térmicos como incendios o envejecimiento estructural con el tiempo, siendo aplicable a muestras de acero contextualizadas o no, con la única y mínima exigencia de que queden algunos miligramos del metal sin corrosión, ya que de lo contrario se pierde toda la información. Para ello tratamos de ver estructuras metalográficas de cada situación y, después de interpretarlas, procedemos a su reproducción en el laboratorio para validar las hipótesis supuestas después de la observación de esas estructuras características.

Los efectos del calor en las piezas de metal son en la gran mayoría de los casos invisibles, sobre todo en objetos de hierro y acero. Sólo observando la microestructura cristalina del metal mediante metalografía son apreciables los procesos de recristalización que el calor ocasiona. Estos factores dependen tanto del propio fuego como de la pieza metálica que se trate. La estructura inicial del metal, su composición, la disposición del objeto en relación a la fuente de calor, la temperatura alcanzada, el tiempo de mantenimiento de esa temperatura, la velocidad del enfriamiento, así como la atmósfera en la que es calentado, influyen en el resultado final.

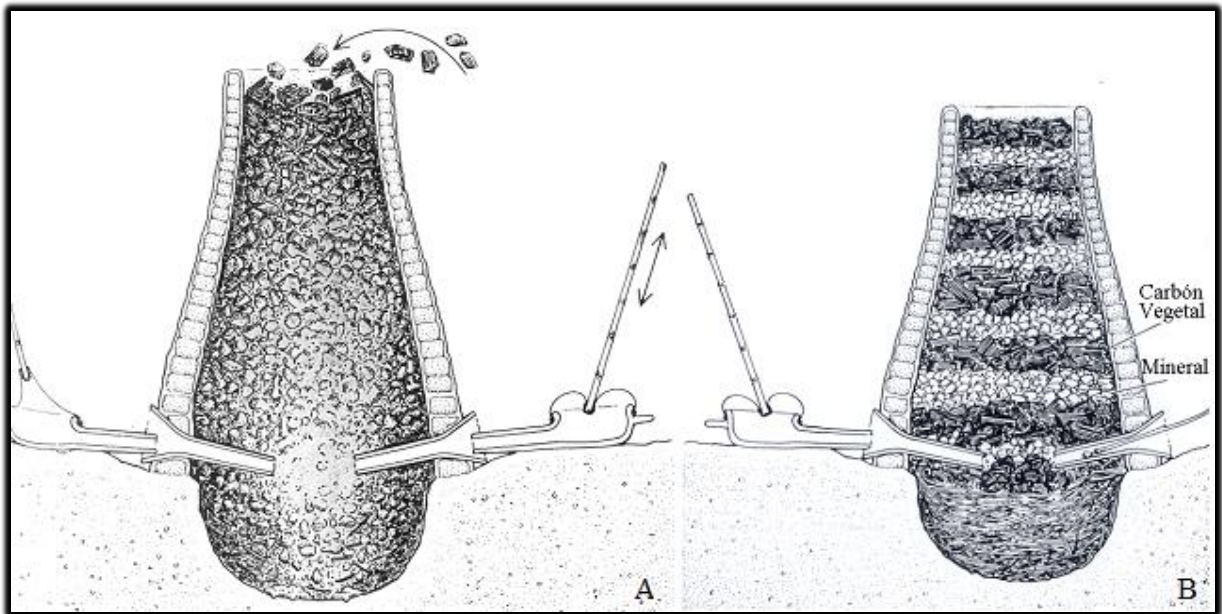
De todas temperatura y tiempo son las dos variables básicas que rigen el fenómeno de recristalización del metal. A través de los diagramas de equilibrio de fases de las aleaciones se saben cuales son las temperaturas más idóneas y los tiempos necesarios para conseguir las microestructuras que se buscan (Montero y Rovira, 2002). Debido a que en este caso se trata con piezas de hierro y acero es necesaria una breve introducción sobre este metal, su proceso de fabricación y las

alteraciones que sufre, haciendo referencia al diagrama de equilibrio Hierro-Carbono (Fe-C).

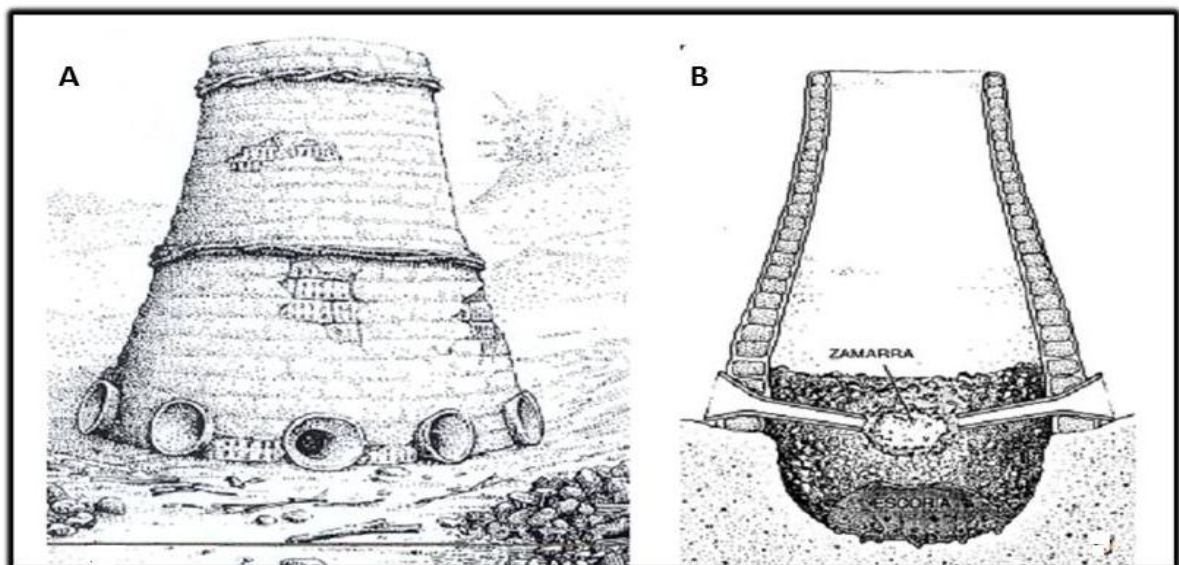
El hierro puro tiene su punto de fusión alrededor de los 1540° C, temperatura difícil de lograr en los hornos de las épocas de las que son nuestras piezas, abarcando temperaturas alrededor de los 1100°-1200° C, suficientes para obtener en estado líquido metales como el cobre o el bronce. En su caso, el hierro, se obtenía mediante una lupia o pella esponjosa sólida contaminada con carbón vegetal, fundentes y otros elementos, por reducción en estado sólido de la mena metálica, mediante carbón vegetal y los fundentes adecuados. La entrada de aire era forzada mediante la acción de un fuelle. Tras un calentamiento entre los 1100° y 1200° C, la escoria fluía hacia el fondo del horno, dejando la pella esponjosa a la altura de las toberas de soplado. Posteriormente esta masa era martilleada en caliente provocando la concentración del metal a la vez que se retiraba más escoria. El proceso se muestra esquemáticamente en las Figuras 1 y 2. La primera figura muestra como se producía la fundición en altos hornos en la Edad del Hierro, la cual consistía en revocar la chimenea para asegurar el mantenimiento de una atmósfera reductora en el interior, rodeándose con ramas para reforzarla y disponiendo las toberas radialmente en torno a la base (1A). La chimenea se rellanaba con capas alternas de carbón vegetal y mineral de hierro y se introducían fuelles en las bocas con el fin de reforzar la ventilación (1B).

Posteriormente se encendía el fuego con un carbón incandescente y desde arriba se añadía carbón vegetal (Figura 2C). El producto era una zamarra esponjosa de hierro y escoria (Figura 2D).





**Figura 1.** Alto Horno de la Edad del Hierro (Fuente: Calabrés, 2001).



**Figura 2.** Alto Horno de la Edad del Hierro (Fuente: Calabrés, 2001).

Las composiciones medias de este hierro esponjoso, junto con las encontradas en las piezas arqueológicas, fueron las que determinaron que los aceros que se utilizarían en este trabajo de investigación fuesen los de bajo contenido en carbono (aceros hipoeutectoides). Esta constatación es un ejemplo de que la mayoría de los objetos protohistóricos y romanos tienen bajo contenido en carbono, hecho

que invitó a reproducir las estructuras encontradas con aceros modernos, también llamados dulces.

Las piezas arqueológicas que se han recopilado para esta investigación, y de las que se han tomado muestras, tienen como objetivo mostrar las diferencias evidentes entre las que han sufrido un proceso de incineración en ritos funerarios, las que provienen de niveles de incendio y las que no han sufrido ningún proceso térmico final, resaltando para cada caso la microestructura que lo caracteriza y reproduciéndola en laboratorio. Esto va a servir para distinguir las circunstancias que han concurrido en cada ciclo térmico o en ausencia de él.

Para ello se debe estudiar el ciclo térmico final de cada caso, haciéndose fundamental conocer la temperatura máxima alcanzada y que esta se mantenga durante un tiempo suficiente, remitiéndonos para tal fin al Diagrama de Equilibrio Hierro - Carbono (Criado, 2008: 8) (Figura 3). Posteriormente, después de la interpretación se procedió a su reproducción experimental.

Los aceros cambian significativamente su estructura si alcanzan el campo austenítico, en el cual todo el carbono se disuelve en el hierro formando la fase austenita, que sólo es estable a alta temperatura. Durante este proceso la microestructura anterior desaparece y es sustituida por la austenita. Si no se alcanza esta temperatura mínima de 723° C no se produce tal transformación. En el caso de los aceros con bajo contenido en carbono la temperatura mínima para la formación de austenita es de 900° C aproximadamente. Alrededor de ese rango de temperaturas, entre el campo ferrítico y austenítico, se encuentran las piezas objeto de estudio (excluyendo las que hemos tomado como muestra de que no han sufrido ningún ciclo térmico final). De esta manera, dependiendo del proceso térmico que hayan sufrido, mostrarán unas microestructuras típicas que se pueden diferenciar

mediante la observación metalográfica que, conociendo estos datos, son reproducibles experimentalmente.

Debido a que los objetos metálicos que aparecen en las necrópolis son abundantísimos, ya que debieron ser piezas de cierto lujo y relevancia social, acompañando al difunto para que su posición y rango quedasen confirmados a la hora de su muerte y su estancia en el otro mundo (Cerdeño, 2005: 1-26), este trabajo puede aportar una nueva e importante herramienta al arqueólogo que afronte el estudio de una necrópolis de incineración con la presencia de objetos de hierro y acero. En consecuencia, conociendo los procesos térmicos que ha sufrido la muestra, se pueden deducir los pasos rituales del acontecimiento funerario.

En este tipo de piezas la acción del fuego no deja huellas evidentes, pero su microestructura cambia. Así, conociendo estos cambios, podemos saber que objetos de hierro y acero se han incinerado con el cadáver y cuales se han depositado junto al ajuar posteriormente sin haber sufrido cremación, lo que puede arrojar datos sobre actitudes, gestos o rezos de las poblaciones del pasado que hasta ahora no se conocen porque este tipo de piezas no han sido objeto de atención (Bartel, 1982: 32-58), lo que conlleva que el presente trabajo sea un importante aportación para la reconstrucción de estos rituales.

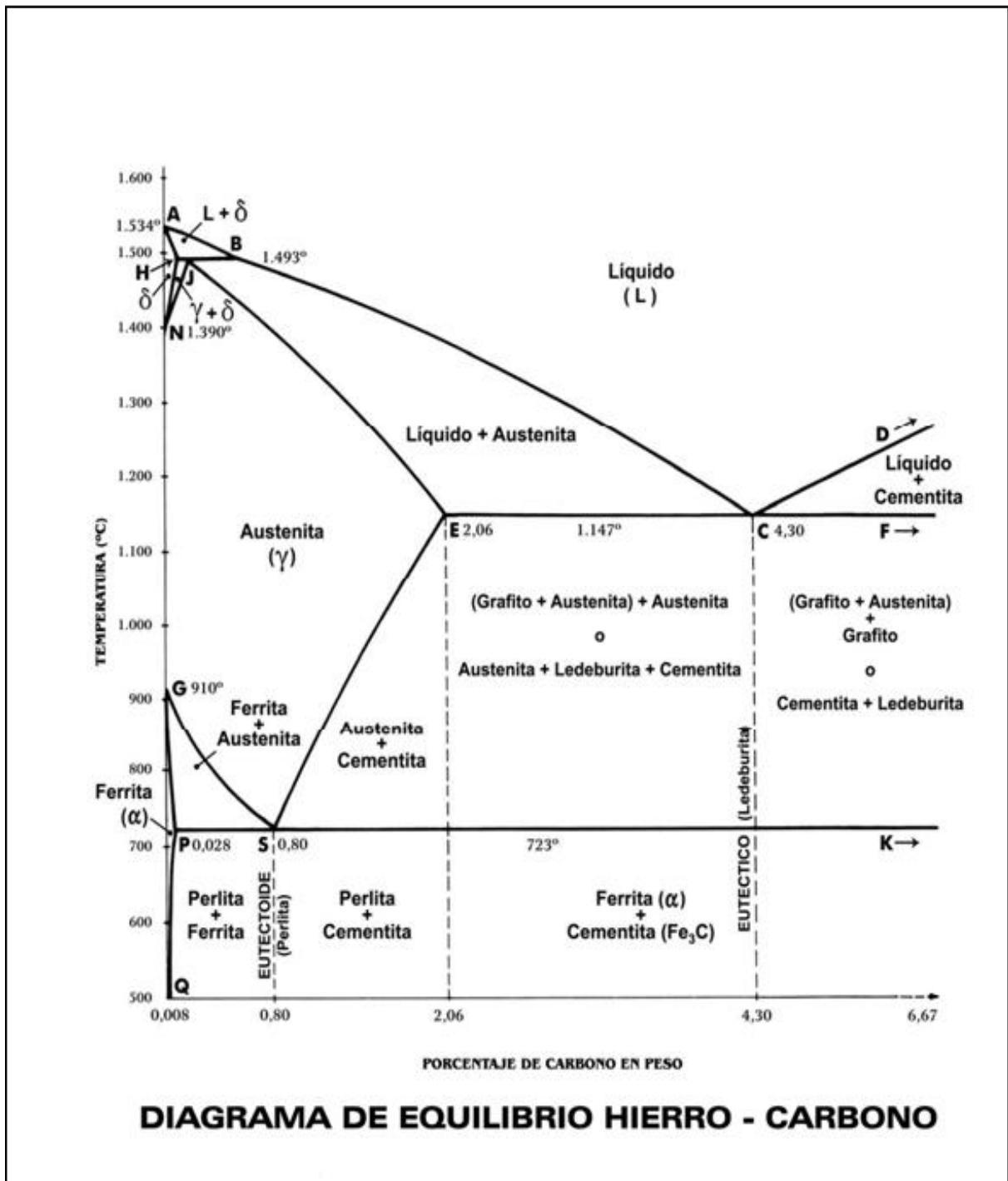


Figura 3. Diagrama de Equilibrio Hierro- Carbono (Fuente: Criado, 2008: 8).

Para Blánquez (Blánquez Pérez, 2001: 91-139), en el campo del ajuar, frente al avance del conocimiento que supone ser conscientes de que dentro de las tumbas, parte de los objetos depositados son consecuencia material de celebraciones ritualizadas, paralelamente, ello mismo, plantea nuevas cuestiones a resolver. Surge la necesidad de diferenciar, siempre que sea posible, que materiales corresponden propiamente al ajuar del difunto y cuales, por el contrario, son consecuencia de determinados actos rituales acometidos en su honor, de lo que se deduce que la cremación de objetos de acero y hierro parece haber sido un acto fundamental en estos ritos.

Continúa Blánquez (Blánquez Pérez, 2001: 91-139) afirmando que dicha diferenciación es básica como punto de partida, tanto para comprender en toda su complejidad el rito funerario como para si se quiere establecer otras valoraciones. Por ejemplo, un problema a resolver sería la ubicación y asociación de los objetos dentro de la tumba o el orden en el proceso de deposición dentro de ella, dificultándose el problema aún más al ser conscientes de que una y otra valorización (rito de enterramiento/ajuar funerario) los materiales eran similares: recipientes para perfumes, armas o cerámicas griegas aparecen utilizadas, indistintamente, en una y otra función.

Respecto a los materiales metálicos Cerdeño (Cerdeño, 2005: 1-26) destaca como piezas emblemáticas las armas de hierro, no sólo por la materia prima, sino por la significación que encierran. De esta manera, que aparezcan en un número selecto de tumbas y que lo hagan desde las primeras etapas, no sólo significa que fueran consideradas elementos de prestigio de un determinado grupo social, sino que trascendían el plano meramente material, lo que conlleva de importancia para poder conocer cuales eran cremadas o cuales no en las distintas necrópolis y deducir diferentes comportamientos o similitudes rituales entre unas y otras.

A continuación Cerdeño (Cerdeño, 2005: 1-26) afirma que al margen de las variaciones tipo-cronológicas deben atenderse otros aspectos de los que hablan los objetos materiales. De nuevo aparecen destacadas especialmente las armas y los restantes elementos metálicos presentes en las tumbas, que proporcionan información sobre las personas que los utilizaron y sobre aspectos económicos, sociales y simbólicos de la comunidad a la que pertenecieron. Las interpretaciones socio-económicas han sido ampliamente tratadas pero todas estas piezas jugaron un papel importante como atuendo de gentes que las usaron y que funcionaron como indicadores de diferenciación social, no sólo por su forma especial, sino por su materia prima, que en el caso del hierro sería símbolo de mayor elitismo.

Pereira destaca (Pereira, 2001: 11-35) que la información obtenida del registro arqueológico de las cremaciones presenta por el momento una serie de lagunas, entre las que destaca los objetos de hierro, debido a que los trabajos de documentación se han orientado más hacia el análisis de las tumbas que de los lugares donde se efectuaban las cremaciones. Esto es debido en muchos casos a que se carece de información precisa sobre la localización de las mismas, sus medidas y morfología, tipos de combustible empleados, la posición del cadáver en la pira, elementos depositados en la misma y el tratamiento que recibían los restos cremados una vez se apagaba la pira. Tampoco se cuenta con información suficiente sobre el tiempo que duraba la cremación del cadáver. Una sistematización del registro arqueológico del ámbito funcional de las cremaciones, permitiría una reconstrucción más fiable del ritual funerario y de sus distintas variantes, tanto en el ámbito de la necrópolis como en aquellos casos en que se destinaran espacios adjetivos a dicha funcionalidad, ampliando las propuestas de reconstrucción virtual.

Para Pereira (Pereira, 2001: 11-35) un apartado fundamental para el estudio de las cremaciones, a parte de otros factores como los datos



topográficos o la evolución de los usos en el rito, sería el análisis de los restos documentados en el interior de los quemaderos. Existen distintos elementos de la cultura material, entre los que destacan restos cerámicos de los recipientes de las ofrendas o del banquete funerario, junto con la localización de otros materiales como armas, objetos de hierro y bronce, etc. Por ello un aspecto importante en el estudio de estos materiales es el correspondiente al atavío y el adorno personal del cadáver, que en su mayoría aparecen claramente identificados como piezas de ajuar funerario del ritual de cremación.

López Cachero (López Cachero, 2008: 139-171) expone que algunos elementos metálicos se encuentran deformados o parcialmente fundidos, reconociendo que no todos los objetos metálicos que aparecen en el interior de una tumba se encuentran afectados por la combustión, lo cual le permite pensar en una deposición posterior a este acontecimiento. Por ello a través del estudio del tratamiento de las piezas del ajuar funerario, en este caso las de hierro y acero, y su evolución en el tiempo, se puede obtener información sobre los hábitos, costumbres y creencias de una sociedad.

Como bien destacan estos autores, entre otros aspectos, los objetos de hierro y acero son escasamente estudiados en las necrópolis protohistóricas de la Península Ibérica. Una posibilidad, que se ha apuntado antes, es que exteriormente no muestran síntomas de haber sido cremados durante el rito. Por ello la presente tesis proporciona una herramienta para, no sólo tratar tipológicamente este tipo de restos, sino también analizarlos metalográficamente, lo cual puede aportar datos que a simple vista pasan desapercibidos, con lo que esto conlleva de enriquecimiento para la reconstrucción del ritual funerario y del mundo de las ideas que lo rodea.

Respecto al estudio metalográfico de piezas de acero o hierro de niveles arqueológicos de incendio no existe ningún estudio previo al

respecto. Se planteó para la tesis con el objetivo poder tener una comparativa de otro tipo de microestructuras debido a otros ciclos térmicos finales diferentes. De esta manera, a través de la microestructura interna de estas piezas y si el incendio alcanzó una temperatura mínima alrededor de la línea eutectoide (Figura 3), se pueden conocer los picos de temperatura de dicho incendio y la velocidad de enfriamiento.

La mayoría de las veces los incendios se deben a hechos trágicos que provocan el abandono, no en todos los casos para siempre, del yacimiento, como por ejemplo la Villa del Saucedo (Aguado *et al.*, 1999, 193-250) o el Castrejón de Capote (Berrocal y Almagro Gorbea, 1997: 567-588), por poner dos ejemplos que se incluyen en la presente tesis. En estos casos, como se observa en todas las muestras estudiadas de incendio en su microestructura, diferente a la de las incineraciones, el enfriamiento es lento, lo cual es testigo de un abandono por lo menos temporal ya que no se tuvo intención, o no se pudo, extinguir el incendio de manera inmediata por parte de sus habitantes, dando lugar a unas microestructuras peculiares y que son reproducibles fácilmente en laboratorio.

A través de la observación, interpretación y reproducción de estas estructuras concretas, se puso como objetivo conocer los rangos de temperaturas que se dieron en dicho incendio, la velocidad de enfriamiento y cinética que provocan su formación.

Por último, para no dejar lugar a dudas, se propuso estudiar muestras de aceros arqueológicos que no provinieran de niveles de incendio o incineración. Su observación metalográfica mostró estructuras de nuevo completamente diferentes a las dos anteriores, evidenciándose un acero laminado en caliente y enfriado al aire desde campo austenítico a unos 900° C.



Debido a la hipótesis de trabajo expuesta y teniendo como base los resultados obtenidos por el Grupo de Tecnología Mecánica y Arqueometalurgia de la Universidad Complutense de Madrid en el estudio de piezas arqueológicas sometidas a ritos de cremación o a procesos de incendio, en concreto de aceros con bajo contenido en carbono y que presentan microestructuras diferentes y atípicas, se han marcado los siguientes objetivos:

1. Para el caso de las piezas de acero objeto de ritos crematorios:
  - Observar e interpretar las microestructuras internas que aparecen en las piezas que han sufrido un ciclo térmico final determinado por la incineración.
  - Conocer la composición de estas microestructuras.
  - Determinar las temperaturas alcanzadas por las piezas de acero y hierro durante el rito crematorio y las velocidades de enfriamiento.
  - Reproducir en laboratorio dicho tratamiento térmico en aceros modernos experimentales de las mismas características que los arqueológicos para confirmar la formación de dichas microestructuras bajo las condiciones interpretadas.
  - Conocer que mecanismos cinéticos y termodinámicos operan y llevan a estas peculiaridades microestructurales.
  - Con todos estos datos saber discernir que piezas han sido incineradas en el rito funerario junto al cadáver y cuales no han sufrido ningún tipo de exposición al fuego y fueron depositadas a posteriori junto al ajuar funerario.
2. Para el caso de las piezas de acero pertenecientes a niveles de incendio:
  - Observar e interpretar las microestructuras internas que aparecen en las piezas que han sufrido un ciclo térmico final determinado por el incendio.

- Determinar las temperaturas alcanzadas por las piezas de acero y hierro durante el incendio y las velocidades de enfriamiento.
  - Reproducir en laboratorio dicho tratamiento térmico en aceros modernos experimentales de las mismas características que los arqueológicos para confirmar la formación de dichas microestructuras bajo las condiciones interpretadas.
  - Conocer que mecanismos cinéticos y termodinámicos llevan a estas peculiaridades microestructurales.
3. Para el caso de piezas de acero que no han sufrido ciclo térmico final:
- Conocer la microestructura del acero antes de sufrir cualquier ciclo térmico.
  - Valorar sus peculiaridades microestructurales que las diferencian de los otros dos procesos estudiados.
4. Para el caso de las piezas de acero objeto de ritos crematorios y las de niveles de incendio:
- Valorar las diferencias estructurales y cinéticas entre los dos casos de ciclo térmico final para conocer las diferentes temperaturas y las velocidades de enfriamiento que se han dado en cada grupo.

### ***1.3. Introducción a los ritos funerarios entre los pueblos prerromanos de la Península Ibérica***

A continuación se expone lo que se conoce sobre los ritos funerarios entre los pueblos prerromanos de la Península Ibérica en la literatura especializada. El desarrollo se ha dividido en los tres grandes contextos que ocupan esta época como son el ibérico, el celtibérico y el celta, ya que de los tres hemos estudiado piezas objeto de incineración. Por el contrario no se han obtenido muestras de acero de incineraciones de época romana, aunque sí para niveles de incendio, además de las de época medieval.

### 1.3.1. Contexto ibérico

No cabe duda de que el rito funerario generalizado para estos pueblos era el de la cremación del cadáver, lo que conlleva una serie de dificultades a la hora de reconstruir su proceso. En muchas ocasiones la tumba con los restos incinerados es la única evidencia de que se dispone para tratar de reconstruir la ideología y el simbolismo que hay detrás de esta compleja ceremonia. De hecho el ámbito funerario de una comunidad es revelador de muchas de sus actitudes culturales como la estructura social, aspectos económicos, demografía, manifestaciones rituales y también de las que menos dejan huella en el registro arqueológico, como las creencias religiosas la esfera simbólica del pensamiento (Cerdeño y García Huerta, 2001: 141-190).

Lo que se define tradicionalmente como ámbito geográfico de la cultura ibérica, con un territorio todavía no bien delimitado, abarca desde el río Herault, en el sur de Francia, hasta Andalucía, incluyendo o no a los turdetanos, pasando por la zona suroriental de la Meseta (Lucas Pellicer, 1992: 190-221).

El rito funerario de los íberos, como se ha anticipado, era el de la cremación del cadáver, enterrándose a la casta guerrera a veces junto con sus armas y depositándose vasos de ofrenda que se debían arrojar, igual que las armas, en la pira, pues frecuentemente llevan señales del fuego (Blánquez Pérez, 1990: 223-233). A este respecto, desde mediados del siglo V a. C., se generaliza el armamento entre los íberos, no sólo en las tumbas tumulares principescas o de cámara, sino incluso en las más sencillas, lo que supone una cierta tendencia isonómica que se observa en otros niveles del ajuar y se constituye cualitativamente en un fundamento para la diferenciación de grupos sociales que trata de autoreproducirlo en su ritual de la muerte. De hecho el ajuar podría expresarse como un factor cronológico señalando la existencia de un ritual destructivo que consiste en la deposición en la pira durante la

cremación de una importante parte del ajuar y, por el contrario, a partir del siglo III a. C., se impone un ritual conservador en el cual se deposita el ajuar después de realizada la cremación (Ruiz y Molinos, 1995: 372-380).

Por el contrario Fernández de Castro (Fernández de Castro, 1997: 320-326) afirma que en el ritual funerario ibérico no se produce ningún cambio desde el siglo V a. C. hasta el período romano, al menos en todo el territorio suroriental, siendo las armas de hierro, como falcatas, *soliferra*, escudos y cuchillos, los objetos típicos que se encuentran en toda suerte de sepulturas, lo que indica que los valores guerreros y belicosos se tenían en gran estima.

El desarrollo del proceso ritual en el mundo ibérico es bien conocido para Belén Deamos y Chapa Brunet (Deamos y Chapa, 2000: 182-190) gracias a yacimientos como Castellones de Ceal (Jaén), Los Villares de Hoya Gonzalo (Albacete), Cigarralejo (Murcia), Cabezo Lucero (Alicante) o Turó dels dos Pins (Barcelona). Cuando una persona moría era transportada hasta el recinto funerario donde se procedía en primer lugar a la cremación del cadáver. Esto se realizaba en una pira consistente en una somera fosa excavada en el suelo en la que se disponían ramas de madera mezcladas con matorrales que favorecieran la ignición. El cadáver se quemaba vestido y acompañado por sus armas, otros objetos personales y elementos de ajuar, predominando las piezas de vestido y adorno, las armas de hierro y recipientes de bebida y ofrenda, incorporando en ocasiones elementos del trabajo que desarrolló en vida. Entre las armas destaca falcatas, puñales, *soliferra*, lanzas, cascos, corazas y escudos. Durante el proceso funerario podían ofrecerse banquetes rituales que implicaban la destrucción y el enterramiento de la vajilla utilizada, como se ha constatado en el *silicernium* de la necrópolis de Hoya Gonzalo. Terminado este proceso, se depositaban los huesos del difunto dentro de cada tumba, generalmente introducidos en una urna cerámica,

acompañándola de algunos objetos personales u elementos de ajuar. Por último destacar que las autoras sitúan la temperatura de la pira por encima de los 600° C debido al color y textura de los restos óseos.

García Raya es de la misma opinión (García Raya, 1999: 291-307): el cadáver vestido con su mejor indumentaria, joyas y armas, si pertenecía en este último caso a la casta guerrera, era depositado en la pira funeraria. Respecto a los ajuares bélicos afirma que eran quemados la mayoría de las veces con el cadáver, quizá con la intención de que acompañaran al difunto, como objeto muy personal, explicando así que previamente hayan sido doblados, inutilizándolas ritualmente.

San Nicolás Pedraz y Ruiz Bremón (San Nicolás Pedraz y Ruiz Bremón, 2000: 159-166) continúan en la misma línea general que la mayoría de los autores. El ritual generalizado entre los pueblos íberos fue el de la cremación del cadáver. El ceremonial consistía en el transporte del cadáver al recinto funerario en el cual, en una pira sobre la tierra o en un somero hoyo, era quemado. Es probable que, entre las diversas ceremonias que se celebrasen, durante o después de la cremación, se dieran banquetes con vino u otras bebidas, que finalizaban con la destrucción y enterramiento de la vajilla utilizada. A continuación se procedía a depositar los restos del difunto en su tumba, generalmente dentro de una urna cerámica o de una cista de piedra, como la del Cerro del Real (Granada) o la del Peal de Beceno (Jaén). El rito de la cremación conocido por estudios realizados en múltiples e importantes necrópolis, consistía en un complejo ceremonial en el cual, una de sus fases, era quemar el cadáver vestido junto con su ajuar, llegando la combustión de la pira a temperaturas entre los 600° y los 800° C.

Otro autor y especialista como Juan Blánquez (Blánquez Pérez, 2001: 91-139) también opina en la misma línea general. El cadáver se cremaba en numerosas ocasiones acompañado de sus objetos

personales y de adorno. Por las frecuentes alteraciones que presentan estos objetos por la acción del fuego se puede colegir que se incineraba vestido con sus mejores galas. En el interior de la urna sólo se depositaban los huesos limpios por la acción del fuego (más de 700° C según este autor). Una vez apagada la pira, fuera de la necrópolis, e introducidos los restos en la urna, se realizaba el desplazamiento a la misma de cara a depositarlos en un hoyo practicado en el suelo, que previamente habría sido delimitado ritualmente. Según su opinión este hecho no se puede generalizar a la totalidad de los enterramientos, aunque sí parece que a los tumulares. A continuación se tapaba la urna con una piedra, plato o fuente colocada de manera invertida y materializando así su primer cierre.

Para este último autor, dado lo generalizado del ritual incinerador en la sociedad ibérica y dejando de lado las inhumaciones infantiles en el poblado, que obedecen a otra casuística, tras un siglo de arqueología de campo y más de un centenar de necrópolis excavadas, el no haber detectado ningún quemadero dentro del recinto funerario debe tener alguna respuesta lógica. Para épocas anteriores sí se encuentran ejemplos, pero referido al período ibérico no. Lo reducido del espacio y el carácter sacro del mismo debió determinar su ubicación fuera de los mismos. Seguramente el valor sacral de las necrópolis ibéricas unido a un reducido y acotado espacio, no ampliable con el paso del tiempo, puede ser una explicación a la continua ausencia de *ustrinum* en el interior de las necrópolis (Blánquez Pérez, 2001: 91-139).

Salinas de Frías (Salinas de Frías, 2006: 91-92) apunta también que el ritual crematorio más generalizado en el mundo ibérico es la cremación del cadáver. La combustión del mismo se realizaba en un *ustrinum*, junto con el ajuar. Posteriormente las cenizas se depositaban en una urna o vaso de cerámica que se depositaba en la tumba. La forma, dimensiones y aspecto varían de acuerdo con la importancia

social y económica del difunto, con ajuares consistentes en algunos platos, alguna hebilla y objetos metálicos. En concreto en las tumbas de guerrero aparecen armas como falcatas, puñales, umbos de escudo, normalmente destruidas o dobladas intencionalmente para que nadie las utilizara.

López Cachero (López Cachero, 2008: 139-171) expone las distintas etapas desde la muerte del individuo hasta la deposición de sus restos en la tumba. Destaca la preparación ceremonial del cuerpo del difunto, el transporte y acompañamiento del cadáver hasta la pira funeraria, la celebración de un banquete funerario, la combustión (entre 650° y 800° C), la recogida de los huesos y, finalmente, su definitiva deposición en la tumba.

Por último, respecto al mundo ibérico, García Cardiel (García Cardiel, 2008: 1-42) sigue las directrices marcadas anteriormente respecto a la cremación del cadáver con los elementos que quería llevarse al más allá, proponiendo una temperatura en la pira que ronda los 900° C.

### 1.3.2. Contexto celtibérico

El mundo ibérico resultó fundamental en la configuración de la cultura celtibérica, que una vez constituida adquirió una entidad propia, creando su propio repertorio material y formando, como se ve en el repertorio del ajuar funerario, una sociedad jerarquizada, aunque económicamente más débil que la ibérica, en la que prácticamente el único material de importación procede de ésta (Cerdeño y García Huerta, 2001: 141-190).

Es adecuado referirse como celtibérico a las culturas arqueológicas localizadas en las tierras del Alto Tajo-Alto Jalón y Alto Duero ya desde sus etapas formativas. La continuidad se advierte a través de la secuencia cultural en este sector de la Meseta que permite

correlacionar las evidencias de tipo arqueológico con las históricas o étnicas, dada su individualización en un territorio que coincide casi por completo con el que los autores clásicos atribuían a los celtíberos (Lorrio, 2005: 50-52).

Como es común en toda la Edad del Hierro entre los grupos peninsulares, cuyas necrópolis nos son conocidas, entre los celtíberos los cadáveres ardían en un quemadero (*ustrinum*) y una vez separados de las cenizas y los carbones, los huesos calcinados se recogían en urnas de cerámica hecha a mano, metidas en un hoyo y tapadas con un cuenco o una piedra plana, o se depositaban directamente en el suelo, dentro del hoyo, acompañados en ambos casos de sus objetos personales y ofrendas. Los ajuares muestran con claridad la consolidación, a partir del siglo VI a. C., en las tierras altas de las cabeceras del Duero, Tajo y Jalón, de una sociedad jerarquizada en cuya cúspide se sitúan las élites guerreras. En las sepulturas se encuentran armas y objetos de adorno, aunque con todo existen grandes diferencias en la composición de los ajuares de guerreros y son pocos los enterramientos que presentan equipos armamentísticos completos (Deamos y Chapa, 1997: 199-202).

En la misma línea se muestran Cerdeño y García Huerta (Cerdeño y García Huerta, 2001: 141-190): el ritual documentado en las necrópolis celtibéricas es el de la cremación del cadáver en una pira funeraria y en un lugar específicamente dedicado a ello, logrando temperaturas que rondan los 850° a 950° C. Los datos concretos sobre la técnica de incineración son escasos, empezando porque no se sabe si cremaban el cadáver o el esqueleto después de prácticas descarnatorias o similar. Las fuentes literarias dan noticia sobre el hecho de que durante la cremación solían quemarse en la pira hierbas y perfumes y se realizaban sacrificios, libaciones y ofrendas, siendo costumbre arrojar al fuego algunos recipientes empleados en estos rituales. Acabada la cremación se procedía a la recogida de los restos, sin una regla fija de cuidado



para ésta, que se colocaban en una urna cerámica o serían envueltos en una tela o en piel de animal para su definitiva deposición en el hoyo junto al ajuar. Existe desconocimiento del código ritual exacto que regía el mecanismo de la existencia de objetos en las sepulturas, de las cuales algunas aparecen con muchos de ellos y otras con ninguno. Destacan objetos de adorno y uso personal, de armas, de las cuales las más significativas son espadas, puntas de lanza, regatones, cuchillos de hoja curva, *soliferra*, todas fabricadas en hierro, que en la mayor parte de los casos aparecen inutilizadas ritualmente. Esta manipulación responde a motivos directamente relacionados con una estructura social en la que destacaba una élite de carácter guerrero, entre la que adquiriría un gran valor ético la guerra, real o ficticia, y la muerte en combate.

La opinión de Lorrio (Lorrio, 2005: 123-134) es que el ritual funerario documentado en las necrópolis de los celtíberos es el de la cremación del difunto, pero habida cuenta de que únicamente se conoce el resultado final de este proceso, queda reducida toda evidencia del mismo al ajuar y al tratamiento de que éste fue objeto o a las estructuras funerarias con él vinculadas. El cadáver sería cremado en una pira, seguramente localizada en áreas específicas del cementerio, en posición de cúbito supino. Los restos de la cremación, entre los que se hallarían algunos de los objetos que formaban el ajuar, pues otros no evidencian señales de haber estado en contacto con el fuego, serían recogidos y depositados en el área específica reservada al enterramiento, en el interior de un hoyo preparado al efecto, directamente en el suelo, envueltos en una tela o quizás en recipientes de material perecedero, o en una urna cineraria. La ubicación del ajuar también varía, colocándose a veces al lado de la urna, otras debajo de la estela, apareciendo, por lo común, los objetos de adorno dentro de la urna y las armas, generalmente de mayor tamaño, fuera, alrededor de la misma. Respecto a éstas existe un grupo destacado de sepulturas que se define por la presencia de armas (espadas, puñales, lanzas,

jabalinas, escudos y cascos), siempre en diferentes combinaciones y a las que suele asociarse cuchillos, así como arreos de caballo y útiles como el punzón o, de forma menos usual, la hoz o las tijeras. También se documentan objetos relacionados con la vestimenta, como los broches de cinturón o las fibulas.

Por último, Salinas de Frías (Salinas de Frías, 2006: 91-129) continúa con el discurso del resto de los autores afirmando que el ritual generalizado en Celtiberia, basándose en los restos arqueológicos, es el incinerador, acompañando a las cenizas del difunto un ajuar más o menos rico, según la clase social del individuo, siendo en los casos de las tumbas de guerreros armas inutilizadas ritualmente.

### 1.3.3. Contexto celta

La única pieza de esta cultura que se estudia en el presente trabajo, el vástago curvo del Castrejón de Capote (Badajoz), proviene de gentes propiamente célticas que penetraron desde la Meseta hacia la Extremadura meridional y el occidente de Andalucía, dando lugar a la formación de lo que hemos llamado Beturia céltica, entre el Guadiana y el Guadalquivir, de la que da amplias noticias el naturalista Plinio (Bendala, 2000: 233-248).

Según Bendala (Bendala, 2000: 276-285) muchos pueblos de Hispania practicaban la cremación del cadáver. En algunas zonas atlánticas y, sobre todo, del noroeste peninsular, se conoce poco o nada de las costumbres funerarias, sobre todo porque se desconocen los cementerios. Puede que no existieran debido a hábitos conocidos en los ambientes atlánticos y célticos de encomendar los muertos a los ríos o al mar, lugares de frontera o tránsito entre dos mundos. Los hallazgos de armas en los cursos fluviales, muy frecuentes en toda la Europa céltica, pueden estar relacionados con prácticas funerarias y con actividades religiosas y votivas que trascienden el mundo particular de la muerte y se extienden al conjunto de la religiosidad celta.

Existe una profunda relación ideológica entre íberos y celtas, que se refleja tanto en los ritos funerarios como en otros aspectos (Berrocal y Almagro Gorbea, 1997: 567-588). En esta línea, tomando las palabras de De Hoz (De Hoz, 1993: 635-666), los celtíberos son los únicos celtas bien definidos que nos ofrecen nuestras fuentes mientras que, tanto los célticos de los autores antiguos como los rasgos lingüísticos célticos que encontramos fuera del territorio celtibérico, pueden tener su origen en celtíberos desplazados o al menos en gentes pertenecientes en origen a la misma comunidad que la que dio origen al celtibérico histórico.

Pese a tener información tan dispar sobre el rito funerario celta, se puede considerar que fue el de la incineración, práctica generalizada entre los pueblos peninsulares. El nuevo empleo de este ritual funerario debió conllevar la adopción de nuevas ideas religiosas ya que se asume un sistema radicalmente opuesto al tradicional, que era la inhumación, lo que seguramente comportó también un cambio sobre las ideas de inmortalidad.

#### **1.3.4. El agua como elemento presente en los ritos funerarios**

Una vez expuesto lo que opinan los expertos sobre el ritual funerario de la cremación entre íberos, celtíberos y celtas, es importante añadir lo que se ha estudiado respecto a la importancia ritual del agua en este tipo de actos culturales, ya que durante toda la investigación de las piezas sometidas a cremación se ha detectado que las microestructuras que aparecen responden a que en el momento de apagar la pira sufrieron un fuerte gradiente térmico desde la máxima temperatura alcanzada, lo que quiere decir que cabe la posibilidad de que se utilizara algún tipo de líquido para apagar la pira.

En la Península Ibérica, durante el período colonial fenicio-púnico, encontramos antecedentes de dicha utilización referida tanto a ambientes funerarios como puramente sacrales: bien como elementos limitadores, bien como elemento protagonista en determinados rituales.

Así, en la necrópolis de Las Cumbres (Puerto Santa María, Cádiz) perteneciente al Castillo de Doña Blanca, se ha documentado la existencia de toda una red de pequeños canales que, aprovechando la pendiente natural de la Sierra de San Cristóbal, rodearían los grandes túmulos funerarios. Paralelamente, en la ciudad púnica de Carteia (San Roque, Cádiz) se ha encontrado otro dato revelador: en la parte central del asentamiento, la más elevada del entorno, se ha identificado el área religiosa de la ciudad y, junto a ella, un notable desagüe en caliza fosilífera que evacuaría, muy posiblemente, el agua utilizada en determinados rituales cometidos en aquel espacio sacro (Blánquez Pérez, 2001: 91-139).

Son frecuentes los testimonios documentados en esta misma línea dentro de las ciudades púnicas del norte de África. Se encuentran testimonios arqueológicos acerca del protagonismo del agua en determinados actos sacrales, cuando no directamente funerarios. Si se habla del posterior período ibérico los ejemplos se multiplican como en los principales santuarios de el Cerro de los Santos (Montealegre del Castillo, Albacete), Despeñaperros y Castellar de Santisteban (Jaén). A este respecto en Archena (Murcia) todavía hoy se encuentra un balneario de aguas medicinales en explotación, aunque es a través de los estudios paleoambientales de los espacios funerarios, donde se ha obtenido la documentación más importante. Así en la necrópolis de Los Villares (Albacete) los estudios polínicos documentan la existencia de una vegetación propia de un ambiente de alto nivel de humedad, próxima a un paisaje casi pantanoso. El propio nombre de la localidad en donde se encuentra el yacimiento (Hoya-Gonzalo) nos recuerda la topografía hundida de la necrópolis con respecto a su entorno. Estas circunstancias las encontramos en otros yacimientos como la necrópolis de El Salobral (Albacete) o el poblado de La Quéjola (Albacete). Así pues el valor ritual del agua como elemento presente en los entornos sacrales y, muy concretamente en los funerarios, es un factor a tener en

cuenta y pendiente de un notable desarrollo (Blánquez Pérez, 2001: 91-139).

Sobre el papel del agua en las necrópolis celtíberas existe un dato interesante, quizás obvio por situarse en las zonas llanas que forman los valles de los ríos, y es que se encuentran cerca del agua. En muchas culturas antiguas, especialmente en la celta, tuvieron un alto significado simbólico, representando la separación entre el mundo de los vivos del de los muertos. Los cursos de agua pueden representar el vehículo que transporta el alma al más allá, el elemento de tránsito hacia la otra vida (Cerdeño y García Huerta, 2001: 141-190). En este sentido Lorrio (Lorrio, 2005: 50-134) afirma que es habitual la presencia de las necrópolis cercanas a cursos de agua, posiblemente debido a la existencia de rituales de tránsito en los que el agua jugaría un papel esencial.

También del registro arqueológico de las necrópolis ibéricas se pueden seguir una serie de parámetros: aparecen cercanas a los poblados, controlando vías de comunicación y próximas a una fuente o curso de agua (García Cardiel, 2008: 1-42). El agua significa la suma universal de las virtualidades, el depósito de todas las posibilidades de existencia y de donde procede toda forma, por lo que su simbolismo implica tanto la muerte como el renacer. Por ello casi todas las necrópolis se ubican cerca de los ríos, sobre sus terrazas fluviales, valorándose más su valor simbólico que la fertilidad de los terrenos (Cerdeño, 2005: 1-26).

Tenemos noticias de la utilización directa del agua en el acto funerario a través del Gómez Bellard. El lavado ritual de los restos óseos incinerados, una vez recogidos de la pira, es una idea muy extendida. Por el contrario, para este autor, es imposible hacer tal afirmación ateniéndonos al estado de los huesos o a cualquier otra prueba material. Si está documentado, en época romana, la práctica

consistente en regar la pira funeraria con agua o con vino, pero con la finalidad de apagarla (Gómez Bellard, 1996: 55-64).

En época romana los ejemplos se documentan ampliamente. En la necrópolis romana de Vila de Madrid en Barcino, en relación al ritual funerario, existen dos pozos de agua y un depósito o *lacus* de 1,5 x 1,4 m y una profundidad conservada de 0,5 m, con el interior revestido del típico *opus signinum* (Beltrán de Heredia, 2007: 6-57). La presencia en las necrópolis de pozos para extraer agua o depósitos para suministrar de agua a los ritos funerarios se ha documentado también en otros contextos funerarios de Hispania, como Corduba o Valentia (Vaquerizo, 2002: 143-200), en la Necrópolis Norte de Mérida, donde el depósito fue reutilizado como *ustrinum* (Silva Cordero, 2004: 269-277) y en Gadir (Niveau de Villedary, 2006: 35-64).

Los hallazgos de otros yacimientos funerarios parecen ir en la misma línea. En Galicia, en el caso de la excavación de San Roque (Lugo), aparece, junto a la vía sepulcral, un depósito coetáneo a la necrópolis. El *lacus*, de dimensiones importantes que superan los de otros conocidos, presenta sendas bocas de entrada y salida de agua. En Cataluña no faltan ejemplos como el de Vilassar de Mar o el de la necrópolis de Tarragona (Beltrán de Heredia, 2007: 6-57).

Por último es importante destacar, a parte del agua, la utilización del vino. Desde su aparición en las culturas mediterráneas el vino cobra gran protagonismo en el mundo funerario por su fuerte simbolismo. Se asocia a la constante regeneración, representa la vida contra la muerte, la inmortalidad contra la destrucción. En este sentido será empleado en las ceremonias de renovación, el propio ritual de incineración, las libaciones y los banquetes funerarios. Una muestra es una de las tumbas de la necrópolis de incineración de Águilas (Murcia) donde el vino tiene un doble uso: en el propio ritual de incineración,

apagando la pira y lavando los restos, y su utilización como ofrenda o depósito funerario (Hernández García, 2005: 101-118).

### 1.3.5. Breve consideración sobre el rito funerario de cremación

Lo que se desprende de toda la información aportada es el acuerdo general en que el rito funerario generalizado entre los pueblos prerromanos de la Península Ibérica fue el de la cremación del cadáver. Pero existen lagunas en otros aspectos de los que se quiere ocupar el presente trabajo y que no están claros en la literatura especializada o se desconocen por completo.

En cuanto a las temperaturas de la pira en la cremación del cadáver los autores hacen referencia a otros trabajos, pero evidenciando un rango de temperaturas, entre unos y otros, muy amplio y poco acorde. Además en esos estudios no se ha tenido en cuenta el material más conductor del calor en una pira como son los objetos de acero. En los objetos de hierro acero, por su alta temperatura de fusión (1540° C), es difícil detectar a simple vista si fueron cremados con el cadáver o fueron depositados a posteriori en la tumba junto al ajuar, pero en su estructura interna se producen cambios de fase y estructura que aportan información muy valiosa. Por ello la presente tesis ofrece una técnica inmejorable para detectar, no sólo la temperatura de la pira y el gradiente de subenfriamiento que sufrieron las piezas, sino también que objetos de hierro se quemaron durante el rito y cuales no, comparando sus microestructuras con las de otros casos de otras piezas que sufrieron un ciclo térmico final diferente, como es un incendio, y que ofrecen otro tipo de topografía microscópica debido a que las condiciones que se dieron de tiempo y temperatura fueron distintas. Todos estos datos son muy valiosos ya que son reveladores de actitudes culturales como la estructura social, aspectos económicos, demografía, manifestaciones rituales y también de las que menos dejan huella en el

registro arqueológico, como las creencias religiosas de la esfera simbólica del pensamiento (Cerdeño y García Huerta, 2001: 141-190).

Por último citar las palabras de Blánquez que reflejan el espíritu del presente trabajo: <<Notable ha sido, pues, el avance del conocimiento en torno al mundo funerario ibérico y, más concretamente, cómo es posible hoy profundizar en su verdadero significado, fundamentalmente gracias al detallado análisis y estudio arqueológico de campo. Pero todavía más importantes han sido los cambios en los modos y maneras de estudiarlo. Una diferente actitud metodológica ha hecho posible esta nueva andadura durante las tres últimas décadas, hasta el punto de haber llegado a dibujar, reconstruyendo, su propio paisaje funerario. Pero, aún con ello, mayor es el camino que queda por recorrer. Nuevos avances tecnológicos y nuevas investigaciones harán posible el progreso de nuestro conocimiento y conllevarán, como no podía ser de otra manera, nuevos interrogantes pendientes por estudiar. Sigamos, pues>> (Blánquez Pérez, 2001: 91-139).

#### **1.4. *Historiografía de la Arqueometalurgia en la Península Ibérica***

El análisis químico de diversos materiales arqueológicos puede rastrearse a lo largo del todo el siglo XIX. Pollard y Heron recopilan algunos de los primeros estudios analíticos sobre estos materiales como el de Klaproth de 1795 sobre composición de monedas, el estudio de pigmentos romanos por Davi publicado en 1815 y la orientación de algunos estudios pioneros para resolver problemas arqueológicos como la procedencia del material, siendo el estudio de Gobel en 1842 un buen ejemplo (Pollard y Heron, 1996: 3-7). Muchos de estos primeros estudios analíticos anteriores al siglo XX son sobre metales, aunque también los haya de otros materiales (Montero *et al.*, 2007: 23-40).

Ya en concreto en la Península Ibérica, el trabajo *Monumentaes do Algarve* de Sebastiao Estácio de Veiga en 1889, supuso la primera obra de compilación de la información arqueológica prehistórica sobre



Portugal. El autor recopiló todo lo existente en el sur de este país referente a los artefactos aparecidos, los yacimientos y las minas con evidencias de explotación prehistórica. Su obra, de varios volúmenes publicados en años sucesivos, supuso un considerable avance en el estudio arqueológico del sur de Portugal, introduciendo novedades metodológicas y adelantándose así a las innovaciones de carácter teórico realizadas por la Nueva Arqueología en los años 60 del siglo XX, considerando a las sociedades prehistóricas relacionadas con su territorio y sus recursos. Además fue el primero en hacer una relación de minas de cobre explotadas en época prehistórica, por cuyo estudio llega a la conclusión de un origen autóctono de la metalurgia. Su trabajo no tuvo continuidad y hubo que esperar casi un siglo para que se realizaran de nuevo prospecciones en minas para detectar explotaciones prehistóricas (Costa Caramé, 2011: 51-66).

Otra obra destacada es *Las colonias prerromanas del valle del Betis* publicada por Jorge Bonsor en 1899. Sigue siendo hoy en día una obra de referencia para la investigación arqueológica del Suroeste debido a que en ella se descubren los hallazgos que tuvieron lugar en las excavaciones de varios yacimientos. Bonsor, estudiando los yacimientos, llevó a cabo, por primera vez, una descripción precisa de los contextos en los que aparecían cada una de las piezas metálicas. Hasta su obra las referencias a los contextos eran imprecisas y vagas por lo que su obra supuso un avance metodológico y conceptual respecto a trabajos anteriores (Costa Caramé, 2011: 51-66).

Los inicios del siglo XX supusieron ciertos cambios respecto al período anterior. Debido a una situación política, económica y social convulsa, se produjo una reducción en el número de publicaciones de carácter científico. Algunos artículos aislados recogían piezas metálicas como es el caso del artículo de Antonio Blázquez de 1923 *Antigüedades Prehistóricas en la provincia de Huelva* o el de Juan Cabré de 1916 *Una sepultura de guerrero ibérico de Miravache*, en el cual hace un estudio

de un ajuar metálico de una tumba de Miraveche hallada por un labrador. Si bien no se escribieron obras monográficas más extensas, como en el período anterior, tuvo enorme importancia la creación y consolidación de instituciones públicas cuyo objetivo era la conservación del Patrimonio y la investigación arqueológica (Costa Caramé, 2011: 51-66). Aunque por otra parte fue en Portugal donde primero se institucionalizaron los estudios prehistóricos con la Universidad de Coimbra, la Asociación de Arqueólogos Portugueses y la Comisión de Trabajos Geológicos de Portugal, que apoyaron la realización de excavaciones y se hicieron cargo del coste de las publicaciones. Debido al fructífero desarrollo que tuvo la arqueología prehistórica en Portugal a finales del siglo XIX, pronto se convirtió en un modelo a seguir (Jiménez Díaz, 1993: 251-254).

Hasta este momento los estudios sirvieron para realizar una primera aproximación a las características morfológicas de las producciones metálicas y las excavaciones permitieron contextualizar algunas piezas metálicas y avanzar en su seriación cronológica (Costa Caramé, 2011: 51-66). De esta manera la investigación arqueológica europea y española, sin bagaje teórico propio, hicieron de las producciones metálicas un fósil director (Gómez Ramos, 1997: 139-150).

Por otra parte, pese a que en este período hubo un gran interés por las producciones metálicas, no fue así por los subproductos de la actividad metalúrgica ya que no eran considerados restos arqueológicos, salvo para algunos investigadores como Vilanova i Piera, Alves Pereira o los hermanos Siret. La labor de estos consistió en la aplicación de técnicas fisicoquímicas al registro arqueológico, aunque esta práctica no tuvo continuidad en la investigación española (Gómez Ramos, 1997: 139-150). Por el contrario si se vio mayor desarrollo de este tipo de estudios en Portugal donde investigadores como Santos Rocha, Estácio da Veiga o Joaquím Fortes siguieron realizando análisis a piezas

aisladas, pero nunca de manera sistemática (Vilaça y Mérideth, 1997: 123-154).

La investigación desarrollada en estos años en España, en el campo de las producciones metálicas, fue bastante escasa. Las publicaciones fueron sobre hallazgos aislados perdiéndose la tradición de las grandes recopilaciones (Costa Caramé, 2011: 51-66). Aparecieron algunas obras sobre piezas metálicas expuestas en algunos museos y exposiciones. Se destacan dos trabajos: el de Francisco Álvarez-Ossorio y Farfán de los Godos, del año 1954, *Tesoros españoles en el Museo Arqueológico Nacional*, que realiza una primera descripción de los artefactos de oro que se exponen en las vitrinas del museo, aunque siguiendo sólo criterios morfológicos; el otro escrito por Fernández-Chicarro en 1963, *Catálogo de la Exposición de Arqueología celebrada en Sevilla con motivo del Congreso*, que describe las piezas de la exposición organizada como parte del VIII Congreso Nacional de Arqueología (Costa Caramé, 2011: 51-66).

Los estudios portugueses sobre metales en este período son también escasos. Los productos metálicos se estudiaron siguiendo criterios morfológicos, con el objetivo de determinar su cronología. Se consideraban como una parte más del registro arqueológico pero no existía un interés por conocer su proceso productivo, ni por las repercusiones sociales o económicas que pudiera tener la metalurgia (Costa Caramé, 2011: 51-66). Los estudios se centraron casi exclusivamente en la excavación de la necrópolis de Caldas de Monchique (Faro) (Viana *et al.*, 1949: 291-312) o la de Atalaia (Shubart, 1964: 11-54). Los objetos hallados contribuyeron para definir la cultura material de la Edad del Bronce del Suroeste. Destacar que en esta etapa surgió un verdadero interés por conocer el origen de la metalurgia en la Península Ibérica, aunque no por el estudio de los restos materiales relacionados con esta actividad productiva (Costa Caramé, 2011: 51-66).

A partir de los años 60 surgieron en Europa los primeros trabajos en los que se aplicaron análisis fisicoquímicos a las piezas con el cometido de conocer su composición elemental y elementos traza que pudieran determinar la procedencia de la materia prima. Esto favoreció la aplicación de técnicas analíticas al registro arqueológico y un precedente de gran relevancia, pese a sus limitaciones, fue la publicación en dos volúmenes en los años 1960 y 1968 de la obra *Studien zu den Anfängen der Metallurgie*, escrita por Junghans, Sangmeister y Schöder, que incluía miles de análisis de piezas procedentes de todas las partes de Europa (Costa Caramé, 2011: 51-66).

En España los estudios arqueométricos se introdujeron más tarde, pese a que los hermanos Siret, a finales del siglo XIX, realizaron algunos análisis sobre piezas metálicas del Sureste publicados en la obra *Las Primeras Edades del Metal en el Sureste Español (1890)*, siendo el primer referente sobre estudios tecnológicos arqueometalúrgicos incluyendo análisis de escorias, minerales y objetos metálicos (Gómez Ramos, 1997: 139-150). En la época que tratamos destaca el estudio, con técnicas analíticas, de Almagro Basch sobre las puntas de jabalina del Dólmen de la Pastora (Valencina de la Concepción, Sevilla), en el año 1962, incluyendo el resultado de la composición de varias de ellas (Almagro Bash, 1962).

Los avances llevados a cabo en España y Portugal durante este período en el estudio de las producciones metálicas y sus subproductos fueron escasos, destacándose por la caracterización morfológica. Mientras, en Europa, surgieron los primeros estudios analíticos sobre piezas metálicas, suponiendo una innovación metodológica de la cual se desligaría la investigación española y portuguesa (Costa Caramé, 2011: 51-66).

A partir de la década de los 70 se produjo un aumento en Europa del número de estudios que se centraron en conocer el sistema productivo prehistórico, consolidándose el término Arqueometalurgia, aunque su implantación en España y Portugal fue más tardía (Costa Caramé, 2011: 51-66). Obras como *Metallurgy in Archaeology* publicada en 1964, *A History of Metallurgy* en 1972 o *Chalcolithic Copper Smelting* en 1978, todas de Tylecote, supusieron un nuevo antecedente dentro de los estudios arqueometalúrgicos. Las analíticas se aplicaron tanto a las piezas metálicas como, por primera vez, a los subproductos relacionados con el proceso metalúrgico. En cambio esta nueva metodología no tuvo eco en la Península Ibérica donde, en los años 70, se publicaron algunas obras de escasa repercusión sobre la metalurgia de algunos yacimientos, pero no consistían en obras que tuvieran una visión más amplia y obtuvieron resultados limitados (Gómez Ramos, 1997: 139-150).

Desde los inicios de los años 80, las investigaciones sobre la metalurgia antigua en el suroeste de la Península Ibérica fueron bastante numerosas, caracterizándose por el aumento de las publicaciones en las que se aplicaban técnicas experimentales al registro arqueológico, aunque la introducción de los estudios arqueométricos adoleció de cierta lentitud. Los primeros estudios sobre el sistema productivo prehistórico fueron realizados por los ingenieros de minas que trabajaban en las explotaciones de Huelva. Éstos describieron de manera indirecta algunos trabajos que pudieron estar relacionados con explotaciones antiguas y de las que se conoce su existencia gracias a ellos, ya que muchas hoy están desaparecidas por las labores de minería posteriores (Costa Caramé, 2011: 51-66).

La primera investigación arqueométrica en España que se hizo con una visión de conjunto, fue la realizada por Antonio Blanco Freijeiro y Beno Rothenberg en la franja pirítica de Huelva. La obra *Exploración Arqueometalúrgica de Huelva* (1981) y la labor de catalogación y

análisis que se llevó en este primer proyecto multidisciplinar en España, no tenían precedentes y fueron referencia para publicaciones posteriores (Costa Caramé, 2011: 51-66). Sin embargo la falta de conocimientos de los investigadores españoles ha sido considerada como una de las causas de que la difusión de esta obra fuese limitada (Gómez Ramos, 1997: 139-150).

El trabajo anterior no tuvo continuidad y los estudios arqueometalúrgicos de los años siguientes fueron realizados por instituciones extranjeras (Costa Caramé, 2011: 51-66). Las piezas de procedencia española del Museo Británico publicadas en el artículo *A study of the Bronze Age Metalwork from the Iberian Peninsula* significaron la primera aproximación al estudio arqueométrico de piezas metálicas españolas (Harrison *et al.*, 1981: 113-179). En España el estudio de Domergue (Domergue, 1980) *Catalogue des Mines et des fonderies antiques de la Péninsule Iberique*, recopiló todas las evidencias de minería del suroeste de la Península Ibérica introduciendo una novedad metodológica empleando de manera conjunta la prospección arqueológica con análisis arqueométricos de minerales y subproductos del proceso metalúrgico. Otra obra relevante fue la de Hartmann *Prähistorische Goldfunde aus Europa* de 1982, en la cual aparecen los análisis sistemáticos que se hicieron a objetos de oro de toda Europa, multitud de ellos provenientes de la prehistoria de la Península Ibérica, para conocer su composición (Costa Caramé, 2011: 51-66).

En las publicaciones de revistas españolas en los años 80 aparecen los resultados de análisis aplicados a piezas aisladas, siendo el principal objetivo el de conocer la composición y no el de deducir el sistema tecnológico que las produjo. Los resultados fueron poco útiles por falta de objetivos concretos y de formación necesaria para interpretarlos de los que lo llevaron a cabo. Al mismo tiempo se desarrollaban otros estudios de recopilación de artefactos procedentes de zonas que no había sido estudiadas (Costa Caramé, 2011: 51-66).

En el caso portugués no se empezaron a aplicar técnicas arqueométricas en metales antiguos hasta la década de los 80. Los estudios hasta ese momento sólo valoraban la morfología y apenas prestaban atención a los subproductos de los procesos metalúrgicos. Otro problema era que las investigaciones publicadas realizaban un análisis local de los objetos, faltando de esta manera publicaciones en las que recopilase la información existente. Los primeros estudios arqueométricos de portugueses fueron los llevados a cabo por Tavares da Silva y Soares sobre objetos metálicos de todo tipo aparecidos en Escoural (Montemor-o-Novo, Évora) y Monte da Tumba (Torrao, Alcacer do Sal, Setúbal). Aunque documentaron escorias y cerámicas escorificadas, no se analizaron con técnicas experimentales dentro del campo de la Arqueometría (Costa Caramé, 2011: 51-66).

Una obra de gran importancia es la de Gonçalves, titulada *Megalitismo e Metalurgia no alto Algarve Oriental*, publicada en 1989 y en la cual se hacen análisis de la metalurgia de varios yacimientos calcolíticos del Algarve Oriental incluyendo la actividad productiva así como sus posibles repercusiones en la organización socioeconómica de estas poblaciones. Se emplearon datos de prospecciones, de excavaciones y de analíticas de piezas metálicas y escorias, minerales y cerámicas escorificadas. De esta manera fue el primer trabajo en la investigación portuguesa en el que se analizó la Arqueometalurgia pasando por cada fase productiva, analizando de forma sistemática las piezas con unos objetivos claros y precisos (Costa Caramé, 2011: 51-66).

Como hemos visto en esta etapa se colocaron las bases para las investigaciones posteriores. La mayor parte de los estudios se centraban en la morfología de las piezas. En los que se aplicaban analíticas se adjuntaban los resultados como un anexo pero sin objetivos ni interpretaciones, excepción hecha de los trabajos de Gonçalves y Blanco Freijeiro y Rothenberg (Costa Caramé, 2011: 51-66).

A partir de los años noventa comienzan a difundirse datos de estudios de la década anterior. El proyecto de Arqueometalurgia de la Península Ibérica del año 1982, empieza a publicar sus resultados en los años 90. La labor de los investigadores y la compra por parte del Ministerio de Cultura de varios equipos de Fluorescencia de Rayos X (FRX), permitieron crear una base de datos de análisis del registro material. De esta manera se dotaba al Museo Arqueológico Nacional de un laboratorio propio. Estos datos analíticos fueron la base para posteriores tesis doctorales como por ejemplo la de Montero Ruiz sobre el Sureste (1994), Comendador Rey para el Noroeste (1998), Rodríguez de la Esperanza para el Valle del Ebro (2005) y Simón García sobre el Levante (1998) (Costa Caramé, 2011: 51-66).

La única tesis que hasta el momento ha estudiado de manera específica subproductos del proceso metalúrgico es la publicada por Gómez Ramos en 1999 y titulada *Obtención de metales en la Prehistoria de la Península Ibérica*. La labor de análisis de escorias, minerales y cerámicas escorificadas, permitieron conocer los procesos de reducción de minerales, fundición y refundición del metal, permitiendo conocer el yacimiento en el cual se realizaba cada trabajo (Costa Caramé, 2011: 51-66).

En Portugal no se elaboraron proyectos como el que se llevó a cabo en España. Los objetos metálicos y sus subproductos de cada yacimiento se analizaron de manera separada lo que ha provocado que no sean comparables entre sí, procediendo del empleo de técnicas desiguales, de laboratorios distintos y expresados con valores diferentes, problemas que también se encuentran en algunas publicaciones españolas (Montero *et al.*, 2007: 23-40).

Hoy en día la mayoría de las investigaciones en el campo de la Arqueometalurgia se realizan gracias al esfuerzo de unos pocos investigadores y no existen instituciones que estudien la metalurgia, ni



revistas especializadas que recopilen los resultados obtenidos (Montero *et al.*, 2007: 23-40). El crecimiento ha sido heterogéneo e irregular, la investigación realizada es fruto de proyectos de investigación puntuales, sin existir la continuidad necesaria para proyectos de investigación sistemáticos y que obtengan resultados a largo plazo. La mayoría de las publicaciones están dispersas y consisten en artículos de revista, actas de congresos y capítulos de monografías. No existen obras de difusión a un público general, que por otro lado si existen a nivel mediterráneo y mundial y son de gran ayuda a la hora de difundir los resultados (Costa Caramé, 2011: 51-66).

Un trabajo destacable en este campo es el desarrollado en el Castro de San Chuís (Allande, Asturias) por Jordá Pardo (Jordá *et al.*, 2011: 488-505). Este yacimiento fue descubierto por el Profesor Francisco Jordá Cerdá en 1952 y se hizo la primera excavación sistemática en 1955. Continuaron las campañas en 1962-63 y 1979-86, originando un gran número de publicaciones. Actualmente se ha llevado a cabo un estudio interdisciplinar entre un grupo variado de profesionales arqueólogos, gearqueólogos, geólogos. Se trata de una investigación muy completa debido a que además del trabajo sistemático de prospección geofísica y análisis radiocarbónico, se ha hecho la caracterización físico-química de materiales metálicos.

Un gran número de publicaciones aplican análisis elementales, pero sin realizar estudios sobre el proceso metalúrgico completo. Por otra parte el empleo de técnicas analíticas, de patrones de cuantificación y de equipos diferentes dificulta que se puedan comparar los resultados (Costa Caramé, 2007: 398-409). La mayor parte de estos se han realizado a objetos de cobre (Costa Caramé, 2011: 51-66), habiendo una importante laguna en el análisis de piezas de hierro.

A pesar de que todos los avances de los últimos años han sido muy importantes y de que los estudios suelen publicarse de manera

irregular, los análisis se realizan cuando los medios económicos lo permiten, no pudiéndose obtener resultados a largo plazo ni pudiéndose crear sistemas de datos comparables (Costa Caramé, 2011: 51-66).

En general la investigación en el campo de la Arqueometalurgia adolece de la falta de instituciones específicas de investigación y de un sistema educativo universitario obsoleto que provoca que los investigadores tengan una mala formación en este campo, ayudando al panorama la falta de comunicación entre investigadores de diferentes campos de estudio (Montero *et al.*, 2007: 23-40). Además, refiriéndonos a la metalurgia prerromana, los materiales de hierro no han merecido habitualmente, salvo en aspectos tipológicos, la atención de los confeccionados en base cobre, ni desde el punto de vista de su análisis tecnológico, ni desde los sistemas de conservación y tratamiento requeridos (Alonso *et al.*, 2001, 457-466).

### **1.5. Estado de la cuestión**

El análisis de los ritos funerarios como herramienta para el estudio antropológico es una experiencia relativamente nueva. A continuación se expondrán las investigaciones más destacadas sobre este tema en el mundo científico. Respecto al reconocimiento de aceros que han sufrido un proceso de incendio, identificación de microestructuras y cálculo de temperaturas es un tema prácticamente inédito, aunque se han hecho algunos estudios de incendios modernos y la reproducción de sus condiciones y temperaturas que también se expondrán en las siguientes líneas.

#### **1.5.1. Estado de la cuestión sobre el estudio de cremaciones**

El primer antecedente al que tenemos que hacer alusión es el de Wells (Wells, 1960: 29-37). En su investigación estudia una serie de restos óseos encontrados en un campo de urnas de Norfolk (Inglaterra). Se

trata de uno de los primeros estudios de este tipo y en él critica que la mayoría de los estudios que se habían hecho previamente al suyo, se centraban en poco más que asignar el sexo y la edad a los huesos de los individuos encontrados. Wells, a parte de añadir estos datos, con los resultados obtenidos, realiza una descripción de la técnica de cremación, basándose en el estado de calcinación de los huesos hallados. Propone que el cuerpo era situado próximo al suelo, en posición supina y con la pira extendida sobre él. Por la aparición de pequeñas gotas de vidrio fundidas, dedujo que la temperatura de la pira debió rondar los 900° C.

Gómez Bellard (Gómez Bellard, 1996: 55-64) señala que durante décadas no se habían considerado los huesos quemados como fuentes de información antropológica y arqueológica. Apunta que para el estudio de culturas como la ibérica, fenicia, púnica o romana, en las que la cremación fue el rito utilizado durante siglos, los estudios de estas fuentes son muchas veces la única vía de información. En su trabajo propone una metodología en la que destaca los problemas típicos que se suelen encontrar y los errores que se suelen cometer. Según este autor la forma adecuada para conocer la temperatura alcanzada es el estudio de la coloración de los huesos y cita otras publicaciones de trabajos, como el de Etxeberría (Etxeberría, 1992: 159-163) o el de Hummel (Hummel *et al.*, 1988: 177-194) para corroborar su opinión.

Un estudio más reciente analiza también la relación entre el color de los huesos quemados y las condiciones en que tuvo lugar la cremación (tiempo, temperatura y disponibilidad de oxígeno). Se trata del realizado por Walker y Miller (Walker y Miller, 2005: 222-233). Consiste en un trabajo sistemático en el que se varían las distintas condiciones llegando a obtener diversas tablas de referencia como, por ejemplo, los colores encontrados en una cremación en un horno en atmósfera de aire, tierra diatomea y "topsoil", frente a los hallados en un entorno con alto contenido orgánico.

El análisis del color de los huesos no es la única técnica que se ha utilizado para conocer las temperaturas de las cremaciones. Destacan trabajos como el de Enzo y el de McKinley en los cuales utilizan otros métodos para determinar las temperaturas. El de Enzo (Enzo *et al.*, 2007: 1731-1737) consiste en el estudio de la cristalinidad de los huesos observada mediante Difracción de Rayos X y comparada con unas muestras patrón preparadas a distintas temperaturas. Se basa en que el hueso fresco es un compuesto amorfo que al ser sometido a un tratamiento térmico sufre una progresiva cristalización, que corresponde a un crecimiento de los cristales de fosfato cálcico. Llega a la conclusión, a través de los difractogramas de las muestras estudiadas y los patrones, que las temperaturas máximas alcanzadas en algunos huesos son alrededor de los 750° C.

El estudio de McKinley (McKlinley, 1997: 129-145) destaca por la realización de la simulación de una cremación. En ella registra las temperaturas alcanzadas en cada una de las zonas de la pira a través de una serie de termopares que colocan las temperaturas en algunas zonas como superiores a los 1000° C, manteniéndose durante tres horas.

Otro tipo de estudio es el trabajo de Reverte (Alcalá-Zamora, 1985: 195-282) sobre la combustión de maderas. En el análisis de cremaciones conjuntas mujer-niño que se constataron en la necrópolis de Pozo Moro (Albacete), en función de alguna enfermedad infecciosa aguda o incluso alguna forma de eutanasia, comprobó con técnica criminalística que la combustión lograda en el proceso de cremación debió estar entre los 850° y los 950° C, máxima alcanzada por la combustión de maderas como el *Quercus Ilex*, y que los cuerpos se quemaron sobre la tierra o en hoyos excavados en ésta, colocando el cuerpo decúbiteo supino. Dedujo también que desde el exterior quedaría encargado alguien de empujar de cuando en cuando los restos del cadáver hacia el centro de las llamas.

Rovira y Montero (Rovira y Montero, 2002) aluden a algunos trabajos experimentales de cremaciones. Señalan que se pueden alcanzar temperaturas superiores a los 1000° C y que la posición del objeto metálico dentro de la pira es determinante en los efectos térmicos registrados, llegando aquellos situados sobre el cuerpo, y en las zonas más calientes, a fundirse. A este respecto hacen referencia a las temperaturas consideradas para las cremaciones sajonas (siglos V a VII d. C.) de Illington, colocándolas alrededor de los 900° C en función de la presencia de cuentas de vidrio semifundidas. Sin embargo, para estos dos autores, muchas cremaciones antiguas no alcanzarían temperaturas tan elevadas ya que los propios restos óseos conservados demuestran que no se superan constantemente los 800° C, siendo el tipo de combustible empleado un elemento clave en la intensidad y duración de la temperatura de la cremación.

En el desarrollo del trabajo se ha comprobado que no se han empleado para conocer temperaturas máximas piezas metálicas y nunca de hierro o acero. Habiendo empleado la técnica de la coloración de los huesos, el trabajo más destacable, por el rigor establecido, es el de Walker y Miller (Walker y Miller, 2005: 222-233) el que tiene una mayor validez científica. Es destacable el trabajo arqueológico experimental de McKinley (McKlinley, 1997: 129-145) en el estudio de una cremación y el de Enzo (Enzo *et al.*, 2007: 1731-1737), empleando una técnica tan reproducible como la Difracción de Rayos X, para el estudio de huesos calcinados. Las temperaturas máximas alcanzadas según las diferentes investigaciones rondan de media los 900° C, salvo el estudio de Enzo. Este hecho invita a pensar que los objetos de hierro sometidos a ritos de cremación pudieron estar en el campo de estabilidad austenítico, al menos a esas temperaturas.

A raíz de esta comprobación, durante el estudio mediante Microscopía Electrónica de Barrido que se realizó a las piezas objeto de estudio, se detectó la presencia de una microestructura no habitual en

los aceros modernos. Su micromorfología se describe como una matriz ferrítica en cuyo interior aparecen precipitados aciculares con unas orientaciones preferenciales. Para ello también se hizo una revisión bibliográfica para encontrar estudios que se hayan publicado sobre esta cuestión.

El antecedente más antiguo lo encontramos en Piaskowski (Piaskowski, 1961: 263-282) que estudió metalográficamente este tipo de estructura en una serie de objetos de hierro hallados en Polonia. Señala que la mayoría de las piezas encontradas, fechadas en la Edad del Hierro, fueron sometidas a ritos de cremación. Afirma que las microagujas, antes descritas, son nitruros de hierro, más concretamente de las fases  $\gamma^I - Fe_4N$  y  $\alpha^{II} - Fe_{16}N_2$ , justificándolo con los resultados obtenidos por Broker (Broker *et al.*, 1957: 205-215), el cual analiza mediante Difracción de Rayos X, precipitados aciculares en piezas arqueológicas e intenta reproducir dicha estructura nitrurando hierro prácticamente puro.

Siguiendo esta línea, Shugar y Norris (Shugar y Norris, 2003: 109-118) realizan un estudio sobre dos tijeras de época romana del Museo Real de Ontario (Toronto). En ellas encuentran la microestructura en forma de agujas y defienden, en este caso, que se trata de carburos de hierro, extremos que justifican mediante análisis con Microsonda Electrónica.

Otro estudio destacado de este tipo de estructuras es el trabajo llevado a cabo por Liu (Liu *et al.*, 1984: 261-264) en el cual realiza observaciones y analíticas mediante Microscopía Electrónica de Transmisión y Difracción de Rayos X, de unos aceros antiguos hallados en el Valle del Bacqah, en Jordania. Los resultados obtenidos confirman que los precipitados aciculares son carburos de hierro y no nitruros. La presencia de estos precipitados, junto con su aparente direccionalidad, sugiere que los mismos puedan haber evolucionado a partir de los carburos iniciales presentes en las interfases de las agujas,

produciéndose un envejecimiento que conlleva a la formación de estos precipitados aciculares. Por último afirma que una vez el acero está en la estabilidad del campo austenítico, durante la cremación, la precipitación de los carburos se produce con un subenfriamiento brusco con un gradiente térmico superior a los 200° C por minuto.

Siendo el tiempo uno de los factores de la aparición de estas microestructuras, un estudio realizado por Criado (Criado *et al.*, 2006: 1-5) muestra los cambios estructurales que se producen en los aceros por envejecimiento natural (a temperatura ambiente), en períodos de tiempo muy largos. Se defiende la tendencia hacia unas microestructuras más ordenadas y regulares debido al paso del tiempo, en particular la evolución se sufre la cementita, fragmentándose y adquiriendo morfologías más idiomórficas. Los resultados se basan en el estudio de aceros antiguos mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

#### 1.5.2. Estado de la cuestión sobre el estudio de muestras de acero de niveles de incendio

Para distinguir y resaltar las microestructuras típicas de una cremación de otras que se pueden originar por otros procesos térmicos, se han tomado para el presente trabajo una serie de muestras de hierro de distintos yacimientos y que pertenecen todas ellas a niveles de incendio. En la literatura científica no se han encontrado estudios metalográficos de piezas de hierro que pertenecieran a niveles de incendio. Solamente se hace referencia a su presencia en esos niveles y a su morfología, sin profundizar en el estudio metalográfico, el cual puede dar información sobre temperaturas alcanzadas y velocidades de enfriamiento.

Los incendios suelen estar ligados a circunstancias trágicas de ataques, saqueos y destrucciones en general, aunque también los hay fortuitos. Por ello están determinados por un contexto diferente al de las

cremaciones, en las cuales se buscaba la completa reducción del cadáver a cenizas, originando las condiciones proclives de temperatura, tiempo y materiales para la ignición con el objetivo de alcanzar temperaturas muy elevadas. Por las circunstancias del incendio suelen encontrarse de manera asidua clavos de las techumbres derrumbadas, pero también otras piezas que se abandonaron *in situ* debido a la supuesta huida precipitada por parte de sus pobladores.

Existe un caso en el que se hace referencia a las temperaturas de un incendio en el poblado ibérico de La Celadilla (Ademuz, Valencia). En julio de 2011, en el proceso de excavación, se hallaron esqueletos humanos afectados por un incendio datado en el siglo IV a. C. Según el arqueólogo que dirigía la excavación, Daniel Giner, el nivel de destrucción de los huesos era similar al resto de los enseres hallados. Matizó que resultaba raro encontrar dos esqueletos humanos en este tipo de yacimientos debido a que los íberos no inhumaban y enterraban a sus muertos, sino que los cremaban. Además los cuerpos no presentaban las condiciones que se encuentran en los restos incinerados de un enterramiento, lo que indica que fueron víctimas de un incendio, de lo cual se deduce claramente que las condiciones de temperatura y tiempo fueron diferentes respecto a las de una incineración (Giner, 2011).

Montero y Rovira afirman que las temperaturas para hogueras y fuegos en este período, oscilarían entre los 380° C y los 550° C, con picos que no superan los 700° C (Montero y Rovira, 2002).

Otros estudios de temperaturas en incendios son de investigaciones contemporáneas. Sin embargo pueden servir de guía para conocer temperaturas bajo estas condiciones, lo cual ayudará para explicar posteriormente en las piezas de niveles de incendio de la presente tesis, la aparición de microestructuras claramente diferentes de



las que aparecen en aceros cremados y también ayudará a su reproducción experimental.

El primero de los estudios es de Steven Jones (Jones *et al.*, 2008: 35-40), profesor emérito de la Universidad de Young Brigham (Utah, EEUU), a propósito del desastre del 11 de septiembre 2001 en las Torres Gemelas de Nueva York. Explica que en las torres se dieron unas condiciones favorables para altas temperaturas y afirma que en el estudio científico de la combustión se distinguen tres tipos de llama: la llama a propulsión, la llama premezclada y la llama difusa. Esta última es la que se produce en el incendio de edificios y alcanza temperaturas entre los 500° y 650° C, logrando en algún momento breve picos cercanos a los 1000° C antes de derrumbarse. Estas temperaturas son acordes con las conclusiones a las que se llegan en el presente trabajo para el caso de piezas de hierro de niveles de incendio antiguos.

Por último citar el estudio de Jiménez Peris y Hernández Olivares (Jiménez Peris y Hernández Olivares, 1999, 37-42) en el cual se analiza la estabilidad al fuego de estructuras de acero. Para ello realizan una serie de ensayos para que, en caso de incendio, el acero y el comportamiento de sus elementos estructurales garanticen un tiempo de estabilidad. El dato que a resaltar es que para el trabajo experimental se hacen tres ensayos con una duración de 1 hora y 38 minutos, 4 horas y 2 minutos y 5 horas, a una temperatura crítica media de 500° C. Este estudio muestra temperatura media ya que dependiendo del material puede oscilar.

Es evidente que los estudios metalográficos de hierros o aceros de niveles de incendio arqueológicos son inexistentes. Las investigaciones que se pueden consultar al respecto son de estudios de estructuras modernas pero que se pueden trasladar a nuestro caso. Las temperaturas medias con los picos de temperatura que se dan en un incendio concuerdan perfectamente con las condiciones que se han

interpretado para que aparezcan las microestructuras de las piezas arqueológicas de niveles de incendio y que se han reproducido experimentalmente.

## 2. CONTEXTOS ARQUEOLÓGICOS DE LAS PIEZAS OBJETO DE ESTUDIO

---



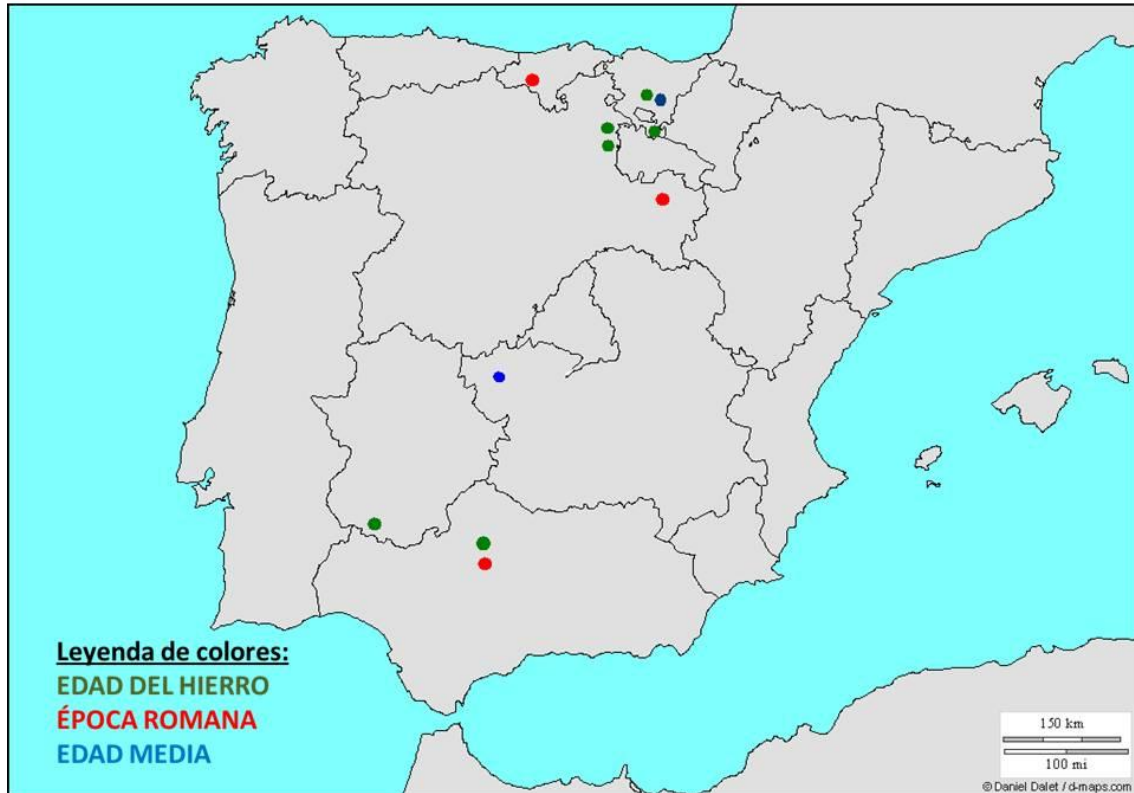
## 2.1. Introducción

En la Tabla 1 se muestran las piezas de hierro y acero de las que se han tomado muestras para la presente tesis, con su correspondiente origen, contexto arqueológico y cronología. Se trata de objetos con funcionalidades diversas, de distintos yacimientos de la Península Ibérica, cubriendo una cronología amplia, desde la Edad del Hierro (siglo IV a. C.) hasta época Medieval (siglo XIII d.C.), y que involucran a culturas como la ibérica, celtibérica, celta y romana, lo que va a permitir tener una muestra amplia y fiable que conduzca a los objetivos que se buscan.

Pieza/Muestra	Yacimiento/Procedencia	Contexto arqueológico	Cultura/Cronología
PILLUM	Museo del Cobre (Cerro Muriano, Córdoba)	Sin contexto	Ibérica. SS III-II a. C.
FALCATA	Museo Armería Vitoria-Gasteiz	Sin contexto	Ibérica. SS III-II a. C.
POMO	La Hoya (Laguardia, Álava) (Museo Armería Vitoria-Gasteiz)	Necrópolis	Celtibérica. S IV a. C.
LENGÜETA VAINA	Miraveche (Burgos) (Museo Armería Vitoria-Gasteiz)	¿Necrópolis?	Celtibérica. SS IV-III a. C.
TACHUELA	Villanueva de Teba (Burgos)	Necrópolis	Celtibérica. SS III-I a. C.
HEBILLA	Villanueva de Teba (Burgos)	Necrópolis	Celtibérica. SS III-I a. C.
LANZA	Villanueva de Teba (Burgos)	Necrópolis	Celtibérica. SS III-I a. C.
VÁSTAGO CURVO	Castrejón de Capote (Higuera la Real, Badajoz)	Interior Castro	Celta. S. II a. C.
CLAVO C-013	Villa del Saucedo (Talavera de la Reina, Toledo)	Villa. Área I	Medieval. S VII d. C.
CLAVO C-022	Villa del Saucedo (Talavera de la Reina, Toledo)	Villa. Área I	Medieval. S VII d. C.
LANZA	Numancia (Soria)	Casas Muralla Este	Celtibérica. S. II a. C.
CLAVO	Numancia (Soria)	Casas Muralla Este	Romana. SS I a. C.-I d. C.
REGATÓN	Numancia (Soria)	Casas Muralla Este	Romana. SS I a. C.-I d. C.
FÍBULA	Numancia (Soria)	Manzana XXIII	Romana. SS I a. C.-I d. C.
PINZA	Numancia (Soria)	Manzana XXIII	Romana. SS I a. C.-I d. C.
TIJERAS	Numancia (Soria)	Manzana XXIII	Romana. SS I a. C.-I d. C.
COTA DE MALLA	Museo Armería Vitoria-Gasteiz	Solar casas Iglesia S. Vicente (Vitoria)	Medieval. S. XIII d. C.
CLAVO E 12-9 (SC-1)	San Chuís (Allande, Asturias)	Interior Castro	Romana. SS I a. C.-I d. C.
CLAVO D 16-45 (SC-2)	San Chuís (Allande, Asturias)	Interior Castro	Romana. SS I a. C.-I d. C.
CLAVO	Aqua Augusta (Córdoba)	Acueducto	Romana, S I d. C.

**Tabla 1.** Tabla de las piezas objeto de estudio.

En la Figura 4 se presenta un mapa cronoespacial general de las muestras objeto de estudio con la distribución de los yacimientos en la Península Ibérica. En la Figura 5 se ha confeccionado una línea del tiempo en la que se encuadran las diferentes piezas y yacimientos.



**Figura 4.** Mapa cronoespacial de los yacimientos de las piezas objeto de estudio.

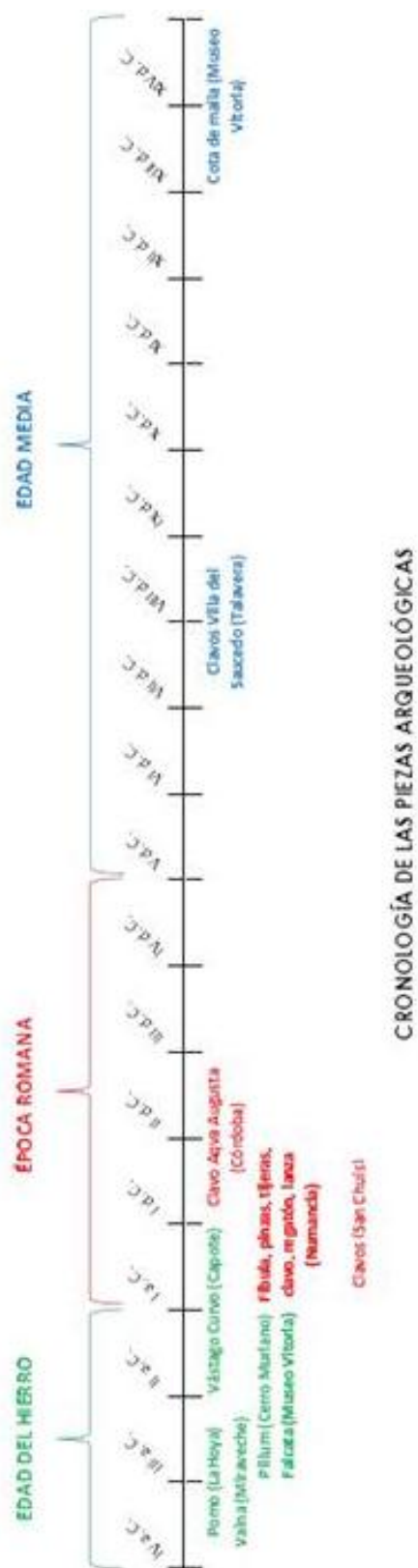


Figura 5. Línea del tiempo de la cronología de las piezas objeto de estudio.

## **2.2. Pillum (Museo del Cobre, Cerro Muriano, Córdoba)**

La primera pieza se trata de un *pillum* ibérico cedido por el Museo del Cobre de Cerro Muriano (Córdoba). La población de Cerro Muriano se encuentra en la Sierra de Córdoba, a 16 km de la capital (Figura 6). No posee contexto arqueológico concreto y fue rescatado de un yacimiento ibérico que fue anegado por el pantano del río Guadamuño. El estado de conservación no es bueno pero tiene parte del recubrimiento de magnetita de la punta y lo fundamental para el presente trabajo, que conserva núcleo metálico (Bravo, 2005: 82-118). Se data entre el siglo III y el II a. C. (Criado Martín *et al.*, 2009: 105-130).

Esta localidad cuenta con una gran abundancia de restos arqueológicos, ya que sus recursos mineros fueron explotados durante un largo período de tiempo. El complejo de Cerro Muriano está formado por varias estaciones arqueológicas situadas en el Cerro de la Coja y se mantiene en buenas condiciones de conservación al hallarse dentro de unos terrenos en propiedad del Ejército Español (Bravo, 2005: 82-118) (Figura 7).

Cerro Muriano es un magnífico ejemplo para el estudio de la Metalurgia dado que proporciona datos valiosísimos sobre su origen y su desarrollo, al contar con restos de escorias, lingotes y herramientas de trabajo minero y metalúrgico desde sus orígenes prerromanos hasta principios del siglo XX. El conjunto minero de Cerro Muriano posee una de las secuencias estratigráficas arqueológicas más completas de toda la Península Ibérica en este tipo de yacimientos destinados a la extracción, explotación del mineral y a la obtención y manufactura del metal en lingotes o piezas acabadas. Se han recuperado restos que abarcan desde el Calcolítico hasta su abandono definitivo hacia el año 1929, cuando la Copper Córdoba Company Ltd. decide desistir de los recursos que ofrecía el yacimiento, por lo que se encuentran elementos



de interés que abarcan unos cinco mil años de antigüedad (Criado et al., 1999: 89-96).



**Figura 6.** Cerro Muriano (Córdoba).



**Figura 7.** Vista del Cerro de la Coja (Cerro Muriano, Córdoba) (Fuente: A. Criado).

Es durante los periodos Republicano y Altoimperial romanos (siglos I a. C. al I d. C.), cuando la explotación minera se hace más intensa y sistemática, configurando el yacimiento, en su conjunto, un auténtico distrito minero sólo equiparable a las famosas zonas arqueológicas que se han excavado en el sur de Portugal (El Alentejo) o en la provincia de León (Las Médulas). En Cerro Muriano se han podido documentar, entre otros, pozos de extracción del mineral adscribibles a época romana con una profundidad superior a los 236 metros (Pozo de San Rafael), como así lo atestiguan los planos de los ingenieros ingleses de principios del siglo XX (Criado *et al.*, 1999: 89-96).

### **2.3. Falcata y cota de malla (Museo Armería de Vitoria-Gasteiz)**

La falcata y la cota de malla han sido cedidas por el Museo Armería de Vitoria-Gasteiz. En el caso de la falcata se desconoce su contexto arqueológico (Figura 8 y 9). Según fuentes del museo fue comprada en Tarragona en 1963, junto con otras dos falcatas, por Félix Alfaro Fournier, empresario y mecenas local, propietario de una importante colección de armas y objetos relacionados, que posteriormente la donó a la Diputación Foral de Álava y se conservó en el Museo desde sus inicios. Su estado de conservación es bueno, a excepción de su parte central, conservando la capa superficial de magnetita. Por su tipología se data entre los siglos III y II a. C. y seguramente provenga del Sureste peninsular (Alonso y López, 2007: 60-64).

La cota de malla, según fuentes del museo, fue hallada por el arqueólogo Ricardo Arbosa en 1968 en un solar de viviendas de Vitoria-Gasteiz, junto a la Iglesia de San Vicente. Sus conservadores la fechan en el siglo XIII y se tomó una muestra debido a que presentaba las microestructuras típicas de un incendio.



**Figura 8.** Vitoria-Gasteiz.



**Figura 9.** Museo-Armería de Vitoria-Gasteiz (Fuente: Museo Armería de Vitoria-Gasteiz).

#### **2.4. Tachuela, hebilla de placas de defensa y punta de lanza (Necrópolis de Villanueva de Teba, Burgos)**

Estas piezas pertenecen a la necrópolis de Villanueva de Teba, que se encuentra en la comarca de La Bureba en Burgos (Figura 10). Se hallaron en la prospección superficial, previa al inicio de las primeras excavaciones, en el año 1981.

El emplazamiento, en el pago denominado La Cascareja, corresponde a una superficie amesetada de planta triangular con uno de sus vértices orientado hacia el norte, donde se encuentra la máxima altura, y un basculamiento suave hacia el sur, en el que se encuentra la necrópolis. Una serie de elementos morfológicos permiten individualizarla en el entorno (Ruiz Vélez, 2005: 5-82).



**Figura 10.** Villanueva de Teba (Burgos).

La superficie excavada, dividida en 5 sectores, se encuentra en la base del triángulo, alcanzando unas dimensiones de 3000 m<sup>2</sup> aproximadamente, destacando el sector Este con 24 tumbas y 1500 m<sup>2</sup>. El resto no proporcionó ninguna tumba, salvo la nº 20 que se descubrió

más al norte y lejos del área de trabajo arqueológico. El proceso de excavación no presentó problemas metodológicos ya que la estratigrafía era horizontal y sencilla presentándose en un mismo plano (Ruiz Vélez, 2005: 5-82).

Esta necrópolis se empezó a excavar a comienzos de los años 80 del siglo XX sacando a la luz 35 tumbas con un rico y variado ajuar, cuando dirigía las excavaciones José Antonio Abasolo y Juan Carlos Elorza. Su descubrimiento fue debido a labores agrícolas, como se puede ver en la Figura 11, que muestra una imagen de aquel momento de la zona. El contexto de la necrópolis es muy peculiar ofreciendo un carácter único respecto a sus coetáneos del ámbito celtibérico o del resto del Alto Valle del Ebro. En todas las necrópolis las formas del rito son similares, pero en este caso la tipología de los objetos integrantes del ajuar presentan peculiaridades y pocos paralelismos con sus congéneres, lo que impide precisar aspectos concretos de su cronología (Ruiz Vélez, 2005: 5-82).

Las tumbas consisten en un simple hoyo de boca circular de un diámetro de 50-60 centímetros y una profundidad de 60-70 centímetros. Carecen de urna pero se acompañan de un vaso funerario hecho a mano, de tendencia globular, tamaño pequeño y pasta poco cuidada. Al lado se ubican las cenizas y los huesos, siendo poca la cantidad de éstos. Sobre estos elementos se colocan, siempre tumbados, los otros objetos del ajuar: diversos tipos de placas, fíbulas, puñales, puntas de lanza, etc. no apareciendo ninguna espada. La tumba se sellaba con una banda periférica de cantos rodados rodeando la boca que, en algunos casos, llega a cubrirla entera (Ruiz Vélez, 2005: 5-82).

Con estos datos, pese a la dificultad de atribuir una cronología, hay ciertos elementos que pueden ubicar la necrópolis en un punto avanzado de la II Edad del Hierro, entre los siglos III y I a. C. (Ruiz Vélez, 2005: 5-82).





**Figura 11.** Necrópolis de Villanueva de Teba (Fuente: Ignacio Ruiz Vélez).

### ***2.5. Pomo tipo Monte Bernorio (Necrópolis de La Hoya, Laguardia, Álava) (Museo Armería de Vitoria-Gasteiz)***

Esta pieza fue también cedida por el Museo Armería de Vitoria-Gasteiz. Se halló como material de superficie en la necrópolis de La Hoya. Ésta se encuentra al pie de la Sierra de Cantabria y cercano a la actual villa de Laguardia, en Álava, a cuya jurisdicción pertenece (Figura 12). Forma una pequeña elevación que apenas sobresale de las tierras circundantes. Gran parte de esta elevación pertenece al acumulamiento de escombros perteneciente a las sucesivas destrucciones del poblado y sus reconstrucciones a lo largo de su dilatada vida. Su perímetro se define, excepto por su lado sur, por una muralla y a cuyo pie discurre un antiguo camino que comunica esta zona con las tierras septentrionales de la Montaña alavesa el otro lado de la Sierra de Cantabria (Figura 13) (Llanos, 1982: 301-308).

La pieza es un pomo tipo Monte Bernorio y se conserva sólo la mitad anterior de una de las valvas que constituyen el pomo, decorada con hilos de plata embutidos con la técnica del damasquinado, presentando un substrato de bronce y una capa de magnetita que lo recubre.



**Figura 12.** La Hoya, Laguardia (Álava).

La cronología del poblado abarca desde la Edad del Bronce Final (siglo XIII a. C.) hasta la II Edad del Hierro (siglos III a I a. C.) (Llanos, 1982: 301-308). La necrópolis de La Hoya fue localizada en 1986 de forma fortuita como consecuencia de un cambio de cultivo en una finca situada en las proximidades del poblado de La Hoya. Entre 1987 y 1989 se pusieron al descubierto casi 500 m<sup>2</sup> correspondientes a una necrópolis de incineración de la II Edad del Hierro. La necrópolis correspondía sólo a parte de la población que habría habitado el poblado en uno de los momentos de su larga vida, concretamente, a juzgar por los ajuares funerarios, a una élite de guerreros (Filloy Nieva, 2002: 57-72).



**Figura 13.** Vista general yacimiento de La Hoya, Laguardia (Álava) (Fuente: Google Earth).

La necrópolis presentaba un único nivel estratigráfico formado en un corto lapso de tiempo (mediados del siglo IV a. C.) y constituido por una serie de estructuras funerarias con sus depósitos. Los recintos funerarios intactos estaban aparejados en una construcción llevada a cabo de una vez y con una planificación previa, mostrando una cierta coetaneidad en los depósitos. Esto adquiere especial relevancia ya que implica la coexistencia de diversos tipos de armas enterradas en un mismo momento cronológico, poniéndose especialmente de relieve en los depósitos donde se colocaron juntos dos tipos diferentes de puñal (de Monte Bernorio de emangue de espiga y de Monte Bernorio globular de frontón) (Filloy Nieva, 2002: 57-72).

Los depósitos funerarios de esta necrópolis de incineración, unos 60, se encontraban ubicados en el interior de cistas cuadrangulares de pequeño tamaño (1 metro de lado), constituidas por mampuestos de arenisca local colocados verticalmente. Tanto el ajuar como las ofrendas, así como los escasos restos óseos recogidos del individuo



cremado, estaban depositados sobre el suelo de tierra de las cistas, no habiéndose documentado la presencia de urnas cinerarias. Así las cerámicas registradas en algunos depósitos constituirían, posiblemente, ofrendas funerarias (Filloy Nieva, 2002: 57-72).

Las tumbas aparentemente sin cubierta, estarían señalizadas exteriormente mediante estelas de piedra, algunas de ellas decoradas con representaciones de posible significación astral. El ajuar depositado destaca el carácter guerrero de la necrópolis, mostrando elementos como puñales con sus vainas, anclajes y tahalíes, umbos de escudo, lanzas y venablos, regatones, bridas de caballería, etc., diversamente asociados. Junto a ellos destacan, en bastantes casos, objetos de indumentaria personal como fíbulas, botones, torques, pulseras, etc., y en menor medida otro tipo de objetos como cuchillos, bolas y un estandarte (Filloy Nieva, 2002: 57-72).

Por último las propias piezas evidencian diferentes aplicaciones del ritual funerario. Así algunos objetos estaban intensamente cremados mostrando su exposición directa al calor de la pira funeraria, en tanto otros no presentaban ninguna evidencia de cremación. También algunas piezas estaban inutilizadas mediante su doblado intencionado de forma previa a su depósito, pero otras, la mayoría, no mostraban este tipo de alteración (Filloy Nieva, 2002: 57-72).

## **2.6. Vaina B 22 tipo Miraveche - Monte Bernorio (Museo Armería de Vitoria-Gasteiz)**

La vaina, de la cual ofreció una muestra el Museo Armería de Vitoria-Gasteiz para su estudio, forma parte de la colección "Félix Alfaro" y se desconoce su lugar de procedencia. Se trata de una vaina de tipología Miraveche - Monte Bernorio que se conserva parcialmente. Presenta una profusa decoración bastante alterada que se ha comprobado debida a un proceso de incineración. La técnica utilizada fue la del damasquinado con hilos de plata. Además presenta un

substrato de bronce bajo la magnetita que, en opinión de sus conservadores, se le realizó por tratamiento térmico en el taller para conseguir el acabado de magnetita (de esta forma, sobre una superficie negra, resaltaban mejor los dibujos de los hilos de plata del damasquinado) y posteriormente sufrió un ciclo térmico final severo, pues la plata aparece fundida.

Esta pieza formaría parte del típico ajuar de guerrero de la cultura en la que se adscriben los puñales tipo Miraveche - Monte Bernorio. Los materiales metálicos más característicos de estos ajuares de élites guerreras son los puñales del tipo antes mencionado y además otros elementos como enganches de tahalí, puntas de lanzas de formas alargadas, umbos de escudo en forma de cono truncado, jabalinas, broches de cinturón tipo Bureba, fíbulas anulares, de omega zoomorfas, de cubo o prisma, de torrecilla, etc. Respecto a nuestra pieza, los puñales Miraveche - Monte Bernorio de pomos y guardas naviformes, unidos por tres varillas y con vainas de remate en uno o en cuatro discos y ricamente decoradas con motivos geométricos a base de nielados de plata o de cobre, parecen haber sido símbolos jerárquicos de las élites (Peralta, 2000: 54-57).

Como se demostrará posteriormente, la microestructura interna que se observa en la muestra de la pieza es la típica de aceros incinerados, con lo cual seguramente provenga de algún ajuar de alguna de las necrópolis en las que aparecen este tipo de piezas, aunque según la distribución de los puñales conocida hecha por Griño, pertenecería a Miraveche (La Bureba, Burgos) (Figura 14) (Griño, 1986-87: 297-306). Además su decoración coincide con los tipos decorativos 31, 43 y 44b de la clasificación de Griño que encuadra esta vaina dentro del grupo de los puñales de Miraveche - Monte Bernorio (Griño, 1986-87: 297-306).



**Figura 14.** Miraveche (Burgos).

La necrópolis de Miraveche, situada en la zona de La Bureba, al noreste de la provincia, es uno de los yacimientos más importantes de la II Edad del Hierro en la Meseta (siglos IV a I a. C.) (Figura 15). Los materiales que suelen componer sus enterramientos son la urna funeraria, formalmente parecida a la del período anterior, pero con una decoración más rica y variada, y un rico ajuar metálico de armas de hierro y adornos personales de bronce. Entre los materiales de este rico ajuar metálico, merecen especial atención, como se ha destacado anteriormente, el puñal tipo Miraveche - Monte Bernorio, de vaina alargada, rematada con una contera de uno o cuatro discos y empuñadura naviforme, las espadas “de gavilanes curvos”, típicas de este yacimiento, de hoja alargada con nervadura central y decoración a base de cabezas de jabalíes estilizadas en la cruz y las placas de cinturón tipo Bureba (<http://www.museodeburgos.com>).



**Figura 15.** Vista general de Miraveche (Burgos) (Fuente: Google Earth).

### **2.7. *Vástago curvo (Castrejón de Capote, Higuera la Real, Badajoz)***

El Castrejón de Capote se encuentra emplazado en el área noroccidental de Sierra Morena, en el municipio de Higuera la Real en Badajoz, en un paraje rocoso y agreste en los límites extremeños con las sierras onubense, cercano a Portugal, en un típico espigón defensivo dominante sobre la confluencia del río Sillo y el arroyo Alano (Figura 16). Aunque en el enclave se han descubierto restos calificables de tartésicos (estela de guerrero), las excavaciones prolongadas durante los primeros años noventa bajo la dirección de Berrocal, han sacado a la luz un poblado habitado entre los siglos V y I a. C., en el que destaca no sólo la arquitectura defensiva sino una trama urbana bien articulada en el eje de una calle principal, con viviendas cuadrangulares y varias estancias construidas con piedra del lugar (Barrio y Hermana, 1998: 35-70).



**Figura 16.** Capote (Higuera la Real, Badajoz).

El yacimiento ocupa una especie de península de 3 hectáreas de extensión, que hundida entre las colinas más altas del entorno lo hacen visible desde gran parte de sus alrededores (Figura 17). No ocurre igual con el asentamiento que parece localizarse sobre la altura vecina a la que está unida y que se denomina “zona B” (Figura 18), de mayores dimensiones a juzgar por los restos esparcidos en la superficie. Entre sus profundas paredes naturales se localizan grandes afloramientos rocosos y entre ellos un par de fuentes que abastecerían de agua sin necesidad de bajar a los arroyos. El nivel de ocupación II (finales del siglo II a. C.) corresponde a la última etapa de habitabilidad del poblado, en la que se engloban la mayoría de los restos excavados, que se conservan en estado excepcional (Berrocal, 1989: 245-295).

Este castro no ha dejado de aportar materiales y hallazgos. Justo en el extremo este del poblado se han localizado dos dispositivos sacros alrededor de la entrada principal, revelando la posible existencia de un santuario junto a ella. Así, al pie de la plataforma superior de la puerta de acceso de la fortaleza, se documentó una fosa rectangular de 2 x



1,6 metros, irregularmente definida por piedras y apoyada al sur en la pared de la citada plataforma. En su interior apareció un depósito de materiales (Departamento B) con signos evidentes de haber sufrido la acción de un fuego concentrado (Berrocal y Almagro Gorbea, 1997: 567-588).

El depósito estaba compuesto por pequeños vasos de paredes finas, por copas y platos de *terra sigillata* itálica, por otros recipientes de vajilla común, vasos altos de vidrio, una treintena de lucernas, etc. y entre los objetos metálicos destacan un objeto anular, dos fíbulas de bronce y un vástago curvo con restos óseos al cual apareció adherido un trozo de acero, el cual forma parte de las piezas de la tesis (Bravo, 2005). El depósito se interpreta como los restos de un acto cultural asociado a la idea de lugar sagrado, o a un gesto singular, quizá motivado para apaciguar a las divinidades adoradas en el poblado (Berrocal y Almagro Gorbea, 1997: 567-588).



**Figura 17.** Castrejón de Capote (Higuera la Real, Badajoz) (Fuente: A. Criado).



**Figura 18.** Castrejón de Capote (Higuera la Real, Badajoz) (Fuente: A. Criado).

## **2.8. Clavos de la Villa del Saucedo (Talavera la Nueva, Toledo)**

El enclave arqueológico de El Saucedo, situado en el *Conventus Emeritensis*, se encuentra en la vega derecha del Tajo junto a Talavera la Nueva (Toledo) y a unos 5 kilómetros aguas abajo de Talavera de la Reina, antigua *Caesarobriga* (Figura 19). Próxima a la vía de comunicación que unía *Caesar Augusta* y *Eméríta Augusta*, forma parte de un conjunto de propiedades más amplia que se extiende a lo largo de la vega del Tajo: Vegas de Puebla Nueva, Rielves, Vega Baja, Cabanas de la Sagra, Vega de Santa María y Mesegar, todas ellas conocidas a través de noticias y datos arqueológicos (Aguado *et al.*, 1999, 193-250).

La zona excavada fue dividida en dos (Áreas I y II), presentando cada una de ellas rasgos peculiares: la denominada Área I, de carácter más fabril, ha permitido detectar en mejores condiciones las diferentes fases del yacimiento, que se suceden desde el Alto-Imperio hasta seguramente el siglo IX d. C., mientras que en la denominada Área II,

más monumental, contiene la parte más importante de la segunda fase constructiva de fines del siglo III o comienzos del siglo IV d. C, remodelada después para la conversión de sus espacios principales en basílica cristiana hacia finales del siglo V - comienzos del VI d. C. (Figura 20) (Aguado *et al.*, 1999, 193-250).



**Figura 19.** Villa del Saucedo, Talavera la Nueva (Toledo).

El Área I, en la que aparecieron los clavos objeto de estudio, es de la parte rústica y estuvo formada por un espacioso patio y un gran ambiente precedido por una zona, seguramente porticada, con un suelo de tierra batida. El gran ambiente está determinado por unos muros de gran espesor que definen la estructura arquitectónica principal. Los muros de las estancias se apoyan en una recia cimentación de hormigón y piedras. El alzado debía completarse con adobe y ladrillos y todo se revistió con enlucido. Las cubiertas, de estructura de madera claveteada, tenían una capa de arcilla para impermeabilizarla. Sobre ésta descansaban tejas planas y curvas (Aguado *et al.*, 1999, 193-250).



El lugar donde se hallaron los clavos pertenece a este Área I donde se observa la acción destructiva del fuego con la formación de un importante nivel de incendio. Había aquí una gran acumulación de tejas mezcladas con carbones y restos de vigas carbonizadas, producto del derrumbamiento del tejado, lo que contribuyó a ahogar el incendio y a carbonizar las vigas. El incendio puede datarse por el hallazgo, bajo el nivel de carbones y vigas, de un *triens* de Witiza (702-710 d. C.) y de una placa de cinturón múltiple fechable a finales del siglo VII e inicios del VIII d. C. (Aguado *et al.*, 1999, 193-250). Los clavos estudiados son el C-013 y el C-022.



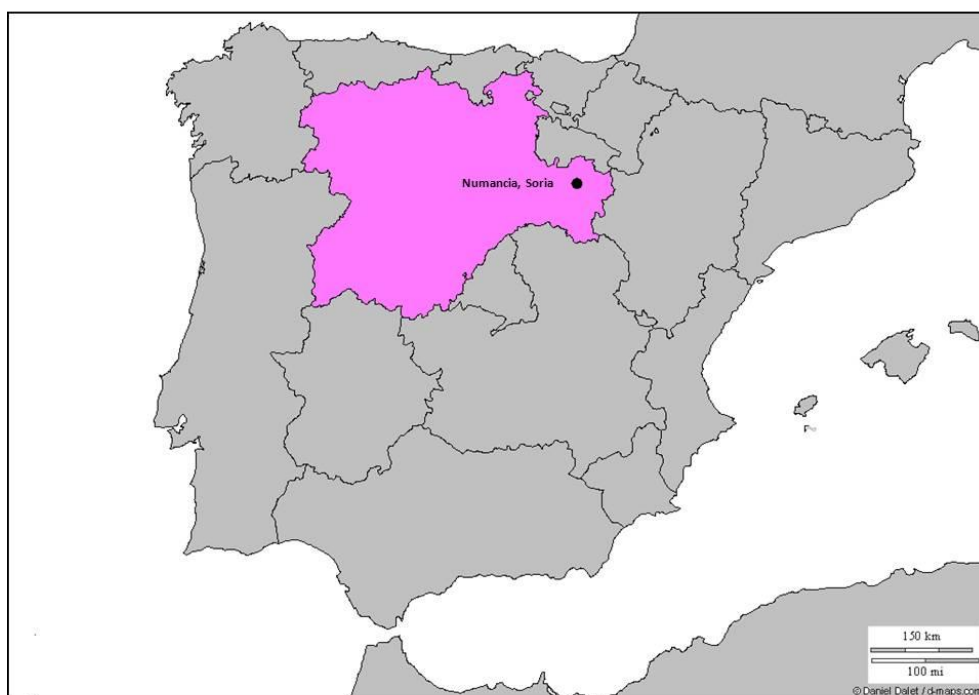
**Figura 20.** Villa del Saucedo, Talavera la Nueva (Toledo) (Fuente: Google Earth).

### ***2.9. Fíbula, pinzas, tijeras, clavo, regatón y punta de lanza de Numancia (Garray, Soria)***

Numancia se sitúa sobre el Cerro de la Muela, en el municipio de Garray y a 7 km al norte de la actual Soria. Es la ciudad más citada por los autores de la Antigüedad y se encontraba situada como mansión en la vía XXVII del Itinerario Antonino (en el siglo III d. C.), entre *Augustobriga* y *Voluce*. La ciudad se asienta en un alto y amplio cerro

en las confluencias de los ríos Tera y Merdancho con el Duero, que se eleva a una altura de 1080 metros sobre el nivel del mar y a unos 67 metros por encima del cauce del río Duero, lo que le proporciona un alto nivel estratégico, dominando todo el reborde del Sistema Ibérico y los caminos de comunicación entre el valle del Duero y el Ebro (Figura 21) (Jimeno, 2011: 223-276).

Su urbanística se adapta perfectamente a la configuración del cerro, que remata en una amplia plataforma, a la que se acomoda el límite de su caserío y línea defensiva. La amplia superficie excavada, unas 6 hectáreas, informa parcialmente del trazado y organización de la ciudad celtibérica, ya que a ésta se superpone la de época romana.



**Figura 21.** Numancia (Garray, Soria).

En conjunto se han hallado más de 20 manzanas. La ciudad tiene el centro ligeramente desplazado hacia el oeste y se estructura en torno a dos largas calles dispuestas de norte a sur, cruzadas por otras 11, paralelas entre sí, y con dirección este-oeste, sin dejar espacios libres como plazas o lugares de encuentro. La ciudad estaba bien planificada

para evitar las inclemencias del tiempo ya que el trazado de las calles es quebrado para cortar las corrientes de aire (Figura 22 y 23) (Jimeno, 2011: 223-276). En una de esas manzanas, en concreto la denominada XXIII, excavada recientemente, es de donde provienen algunas de las piezas objeto de estudio cedidas por el director del yacimiento Alfredo Jimeno, en concreto de niveles de incendio: la fíbula, la pinza y las tijeras.

Los trabajos arqueológicos de finales del siglo XIX e inicios del XX pusieron al descubierto distintos tramos de muralla en lugares diferentes de la zona oriental y occidental. Estaba compuesta, por lo general, de grandes cantos rodados unidos con barro. La muralla no era uniforme en todo su perímetro, ofreciendo menos consistencia en los lados sureste y oeste, en donde el cerro ofrece mejores defensas naturales. Así mismo en algunas zonas, como la noreste, presentaba casas adosadas, algo normal en los poblados celtibéricos y en la Edad del Hierro (Jimeno, 2011: 223-276). De esta zona de casas también es de donde se obtuvo otras muestras, cedidas por el arqueólogo Alfredo Jimeno, de piezas de niveles de incendio. En este caso corresponden al clavo, la punta de lanza y el regatón. Todas las muestras estudiadas se datan entre el siglo I a. C. y el siglo I d. C. Alfredo Jimeno, director del yacimiento, distingue dos niveles de destrucción e incendio en Numancia, las piezas analizadas en la presente tesis pertenecen al segundo y más moderno.





**Figura 22.** Vista general de la ciudad celtibérica de Numancia (Garray, Soria) (Fuente: Google Earth).



**Figura 23.** Vista aérea de la ciudad celtibérica Numancia (Garray, Soria) (Fuente: Google Earth).

## **2.10. Clavos del castro de San Chuís (Allande, Asturias)**

El castro de San Chuís es un poblado fortificado situado en el corazón de las montañas occidentales de Asturias con una ocupación muy dilatada plasmada en una superposición de estructuras arquitectónicas y niveles arqueológicos atribuibles a la I y II Edad del Hierro y a la Romanización (Jordá *et al.*, 2008: 53-62). Está situado en las inmediaciones de San Martín de Beduledo en la parroquia de Santa María de Celón, localidades ambas del concejo de Allande (Figura 24) (Jordá, 2009: 47-63).

Debido a su situación en lo alto de un pico, el castro presenta unas defensas naturales óptimas y está dotado de un completo sistema defensivo que protege la zona habitada. Así las vertientes norte, este y oeste muestran una fuerte pendiente que, unida al conjunto de tres fosos, hacen inaccesibles esos sectores. En el flanco sur de mayor accesibilidad, por ser la zona de unión del pico con la sierra, está protegido por un sistema de cinco fosos sucesivos asociados a parapetos, rematado por un bastión construido mediante lajas de pizarra (Jordá, 2009: 47-63).

Lo que se conoce del urbanismo, de lo excavado hasta el momento, en el castro de San Chuís existen dos zonas bien diferenciadas en función principalmente de sus estructuras arquitectónicas. El Barrio Bajo, situado en el ángulo noreste, está caracterizado por el predominio de las estructuras circulares, con muros de aparejo irregular de pizarra trabada con barro (Figura 25). El Barrio Alto está situado en la cumbre, el predominio lo ejercen las estructuras rectangulares, construidas con sillarejo de pizarra y algunas de ellas con sillares de arenisca y porfiroide, que se disponen formando un complejo urbanístico con orientaciones de muros y calles en dirección norte-sur y este-oeste (Figura 26) (Jordá, 2009: 47-63).



**Figura 24.** San Chuís (Allande, Asturias).



**Figura 25.** Castro de San Chuís, vista general desde el NE (Allande, Asturias) (Fuente: J. Jordá).





**Figura 26.** Castro de San Chuís (Allande, Asturias) (Fuente: Google Earth).

A partir de análisis de fechas radiocarbónicas se han propuesto tres momentos de ocupación para el castro de San Chuís (Jordá, 2009: 47-63). La ocupación más antigua corresponde a un asentamiento situado en el Barrio Alto del castro, representado por los restos de una estructura vegetal levantada sobre la roca del sustrato que contenía semillas carbonizadas y cerámicas de la I Edad del Hierro. Esta ocupación se puede correlacionar con la Fase Ib de los castros del norte y noroeste (825/800-550 cal. BC) (Jordá *et al.*, 2011: 488-505).

La siguiente ocupación está caracterizada por el desarrollo de estructuras pétreas circulares en los dos barrios del castro, presencia de cerámicas II Edad del Hierro y de vestigios de actividades metalúrgicas. Este periodo se corresponde con las Fases II (400-125/100 cal. BC) y IIIa (125-30 cal. BC) (Jordá *et al.*, 2011: 488-505).

La tercera ocupación corresponde a la época romana, caracterizada por el desarrollo de estructuras pétreas rectangulares con gran desarrollo en el Barrio Alto, tanto construidas de nueva planta como por remodelación de las circulares. De esta ocupación se han recuperado cerámicas prerromanas, *terra sigillata* hispánica, *tégulas*,

cerámica común romana y escorias de hierro. No se dispone de fechas radiocarbónicas para el inicio de esta ocupación que se situaría en torno al cambio de era. Podemos correlacionar esta ocupación con las Fases IIIb (30 cal. BC - 20 cal. AD) y IIIc (20 cal. AD - 50/75 cal. AD) del noroeste, aunque en la zona cantábrica habría que añadir una Fase III d (50/75 cal. AD - 200 cal. AD) para poder englobar toda la fase romana de los castros (Jordá et al., 2011: 488-505). De esta tercera ocupación provienen los dos clavos objeto de estudio; pero en este caso, al contrario que en todo el resto de muestras, se han puesto como ejemplo comparativo de piezas de acero que no han sufrido ningún tipo de ciclo térmico final.

### **2.11. Clavo del acueducto *Aqua Augusta "Vetus"* de Córdoba**

La presente pieza se halló en una intervención arqueológica de urgencia en el año 2008 en Córdoba (Figura 27), en un tramo del acueducto *Aqua Augusta Vetus* que atravesaba la zona llamada Huerta de Santa Isabel, dentro de la zona occidental denominada O-3.

El *Aqua Augusta* fue el primer acueducto que abasteció de agua a *Colonia Patricia Corduba* (Borrego, 2008: 99-124). El clavo se atribuyó al encofrado del mismo y, de esta manera, su cronología se relaciona a la época de su fundación, que es el siglo I d. C. La pieza fue cedida para su estudio por el director arqueólogo de la excavación Antonio Moreno Rosa.

La existencia de acueductos romanos en Córdoba es de conocimiento reciente ya que hasta 1986 no se publicó su evidencia epigráfica. Anteriormente se tenía la sospecha de que Colonia Patricia disfrutaba de un abastecimiento de aguas constante y fluido. Ésta se apoyaba en el hallazgo de restos en un solar de tuberías de plomo, atarjeas, cloacas, fuentecillas (Ventura y Pizarro, 2010: 175-204).





**Figura 27.** Córdoba (Andalucía).

Responde a la morfología habitual de un canal rectangular de fondo y paredes levantadas con *opus caementicium* cubierto por bóveda corrida de medio cañón del mismo material. La luz mide 120 cm de altura por 60-63 cm de anchura, enmarcada por paredes de 40-45 cm de espesor. La bóveda de la cubierta fraguó con posterioridad a las paredes. Para la construcción de la bóveda se empleó en el interior una cimbra de 150 cm de longitud compuesta por nueve tablones de una anchura oscilante entre los 9 y los 12 cm. Los *caementa* del mortero que compone la cubierta, de morfología alargada, adoptan una disposición aproximadamente radial, a modo de dovelas. El interior del canal se impermeabiliza hasta la línea de imposta, a 90 cm de altura, con una capa de *opus signinum* (mortero de cal, arena y fragmentos cerámicos triturados) (Figura 28). A partir de la comparación con otros acueductos de Hispania y el resto del imperio, en cuanto a técnica edilicia, morfología y recursos ingenieriles para su ejecución, se puede fechar a inicios del siglo I d. C., pudiéndose identificar con el AQVA AVGVSTA que se menciona en las inscripciones (Ventura y Pizarro, 2010: 175-204).



**Figura 28.** Acueducto Aqua Augusta "Vetus" (Córdoba) (Fuente: A. Criado).

## 3. TÉCNICA EXPERIMENTAL

---



### **3.1. Introducción a la técnica experimental e instrumental**

A continuación se exponen las técnicas experimentales aplicadas a todas las muestras arqueológicas y a las de acero experimental, además de las técnicas instrumentales empleadas para su observación y estudio.

En primer lugar es necesaria una buena preparación de las muestras en el laboratorio. El primer paso es el embutido de las muestras en resina para el caso de las arqueológicas, no siendo necesaria esta aplicación para las experimentales. El siguiente es la preparación de la probeta mediante el desbastado en papel de desbaste hidrófugo y un posterior pulido con alúmina con el fin de obtener una superficie lisa y especular para su posterior observación, tanto en Microscopía Óptica como Microscopía Electrónica de Barrido y de Emisión de Campo.

Una vez se ha obtenido una superficie especular se ataca con los ácidos picral o nital con el fin de revelar las microestructuras que posteriormente se observarán en Microscopía Electrónica. Después del ataque se traslada la probeta al Centro Nacional de Microscopía para su observación metalográfica. Debido a que es necesario que la superficie a observar sea conductora a las probetas con las muestras arqueológicas se les debe aplicar un *sputtering* de oro. Éste no es necesario para las muestras experimentales ya que son conductoras en toda su superficie.

Por último se introduce la probeta en el portamuestras del Microscopio Electrónico y se toman imágenes de las partes más significativas de la muestra para su posterior observación e interpretación. En las siguientes páginas se detalla todo este proceso incluyendo tanto las técnicas experimentales en laboratorio como la utilización de las técnicas instrumentales.

### **3.2. Preparación de las muestras arqueológicas**

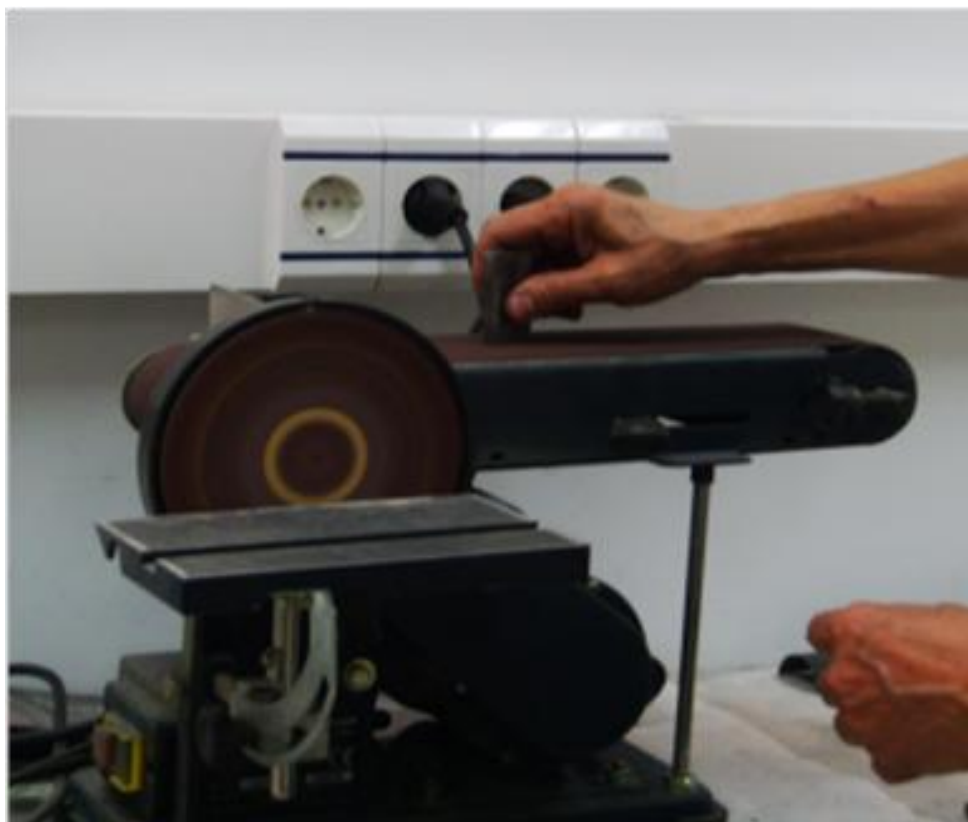
La preparación de las muestras de las piezas arqueológicas, para su posterior observación y análisis, requiere una serie de pasos precisos. Todo este trabajo se ha realizado en el Laboratorio de Tecnología Mecánica y Arqueometalurgia de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Complutense.

En primer lugar se extrae de la pieza una pequeña muestra, que es fundamental que conserve núcleo metálico. Posteriormente se embute en resina epoxi (cronolita 1112) para facilitar el manejo en las posteriores operaciones de la preparación de la muestra, que consiste en obtener una superficie totalmente lisa e impoluta para la posterior observación en Microscopía Óptica y Microscopía Electrónica de Barrido.

Una vez se ha endurecido la resina con el catalizador adecuado, se procede al desbaste de las probetas mediante el empleo de papeles con abrasivos resistentes al agua marca Buhler, con distinto tamaño de grano y el uso constante del agua como lubricante, que además sirve para eliminar posibles restos de granos desprendidos del papel, los cuales podrían llegar a contaminar la muestra o el papel siguiente de granulometría más fina (Figura 29).

El primer papel de desbaste que se usa es el de granulometría mayor (120 mesh), hasta que toda la superficie de la probeta muestre marcas de desbaste paralelas entre sí. Una vez obtenido esto se procede a desbastar con el siguiente papel de la serie con un tamaño de grano menor (240 mesh) y se procede de la misma manera, con la salvedad de girar 90° la probeta para eliminar las marcas del papel de desbaste anterior. Sólo cuando aparecen nuevas líneas paralelas entre sí que han eliminado por completo las anteriores, se puede asegurar que se ha rebajado o preparado la superficie para desbastar en el siguiente papel. Este proceso se realiza sucesivas veces cambiando a

papeles de la serie con menor tamaño de abrasivo, siendo el tiempo requerido para cada uno de los papeles mayor que el del papel anterior (320, 400, 600 y 900 mesh). Al final se obtendrá una probeta preparada para la siguiente fase de la preparación de la muestra: el pulido.



**Figura 29.** Preparación de la probeta con la máquina desbastadora.

Antes de pasar a esta fase de pulido es necesaria una escrupulosa limpieza con el fin de no contaminar la muestra. La limpieza se lleva a cabo con agua y una vez que no haya restos de posibles contaminantes, se pulveriza con acetona, etanol o alcohol amílico para evitar la oxidación de la muestra debida al tratamiento con agua, con el fin comenzar el pulido. Éste tiene como fin eliminar las líneas producidas por el último papel de desbaste y se realiza con una máquina pulidora de la marca Remet tipo LS2 y un paño impregnado de alúmina  $\alpha$  de 0,3 micrómetros (Figura 30). La muestra se pone en contacto con el paño húmedo y la alúmina actúa eliminando las líneas



del desbaste y dejando la superficie completamente lisa y pulida. A medida que la pulidora gira, la probeta debe girarse suavemente en sentido contrario para obtener un pulido homogéneo y conseguir que la superficie metálica muestre un aspecto especular (Figura 31). Para lograr una superficie de mayor calidad se realiza un pulido final con alúmina de granulometría más fina (alúmina  $\gamma$  de 0,05 micrómetros). Tras cada etapa de pulido se limpia la probeta con agua y de nuevo se pulveriza con acetona, etanol o alcohol amílico, se seca con un secador de aire caliente y se comprueba el estado del pulido en la lupa.

Una vez se ha conseguido un pulido especular se ataca la superficie para revelar la estructura del acero, eligiendo como reactivos nital (4 ml de  $\text{HNO}_3$  concentrado en 96 ml de etanol) y en otras ocasiones picral (2 g de ácido pícrico, 25 g de NaOH y 100 ml de agua).



**Figura 30.** Fase de pulido en máquina pulidora de la marca Remet tipo LS2.





**Figura 31.** Ejemplo de probeta pulida.

Para la observación mediante Microscopía Electrónica de Barrido es necesario que la superficie pulida de la probeta sea conductora. Debido a que las muestras están embutidas en resina epoxi no presentan conductividad en la superficie. Para resolver el problema se recurre a un recubrimiento con material conductor (*sputtering* de oro o grafito según la naturaleza de la muestra). En nuestro caso se hizo con oro, depositando una capa de décimas de micrómetro. El equipamiento utilizado para tal fin fue el de Sistemas de Sputtering para Recubrimiento con oro Bio Rad SC 502 del Centro Nacional de Microscopía Electrónica de la Universidad Complutense de Madrid (Figura 32).



**Figura 32.** Sistemas de *Sputtering* para Recubrimiento con oro Bio Rad SC 502.

### **3.3. Preparación de las muestras experimentales**

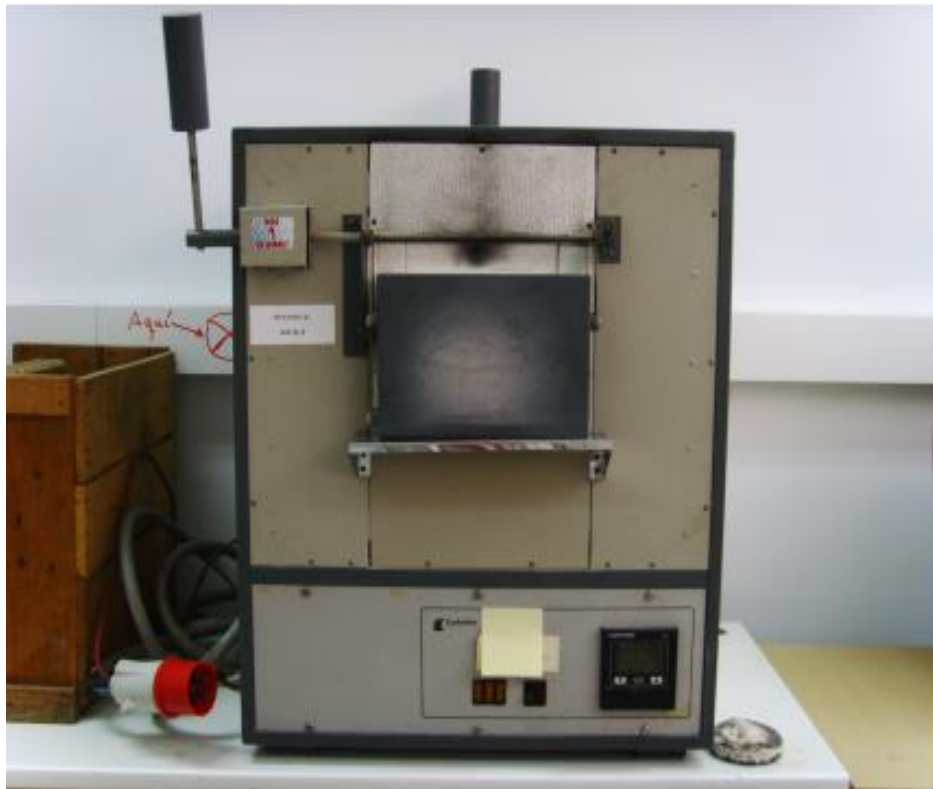
#### **3.3.1. Preparación de las muestras experimentales de cremación**

El acero experimental seleccionado para tomar muestras de la reproducción artificial de las condiciones en una cremación, fue el acero comercial AISI 1005, proporcionado por el Taller Mecánico de la Universidad Complutense de Madrid, con la siguiente composición: 0,06% máx. Carbono; 0,45% máx. Silicio; 0,35% máx. Manganeso; 0,04 máx. Fósforo; 0,05% máx. Azufre. Se eligió con esta composición de bajo contenido en carbono con dos objetivos: que se asemejara a las composiciones en carbono de las muestras arqueológicas y para llevar el experimento a condiciones extremas.

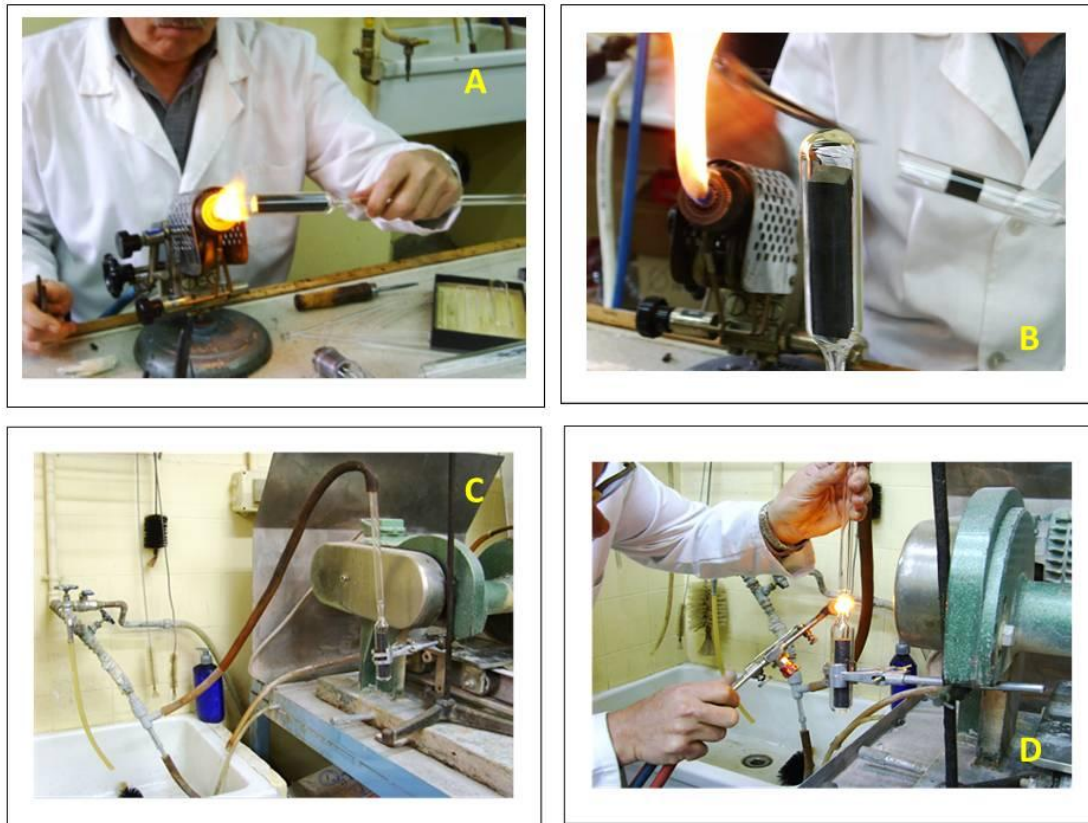
En primer lugar se sometió a la muestra de acero experimental a un tratamiento de austenización a 1.000° C, durante una hora, para solubilizar todo el carbono presente. A continuación la muestra fue normalizada (enfriada al aire) y posteriormente se le aplicó un

tratamiento térmico a una temperatura de 300° C, en un Horno de Resistencia de Carbolite de una potencia de 800 W que puede alcanzar los 1300° C (Figura 33).

Debido a que el tratamiento térmico implicaba la exposición de la muestra a una atmósfera oxidante durante un largo período de tiempo (de unas horas a 10.000 horas), existía un riesgo elevado de que se produjese una oscilación y decarburación de las muestras muy intensa. Para ello se decidió encapsularlas en ampollas de cuarzo siguiendo los siguientes pasos básicos: introducción de la muestra en el tubo de cuarzo (Figura 34A); sellado de uno de los extremos libres (Figura 34B); generación de vacío en la cápsula desde el otro extremo (Figura 34C); sellado de la cápsula mientras se produce el vacío (Figura 34D). El proceso se realiza al vacío para evitar el riesgo de explosión de la cápsula debido a la producción de gases durante el tratamiento térmico dentro del Horno de Resistencia de Carbolite.



**Figura 33.** Horno de Resistencia de Carbolite.

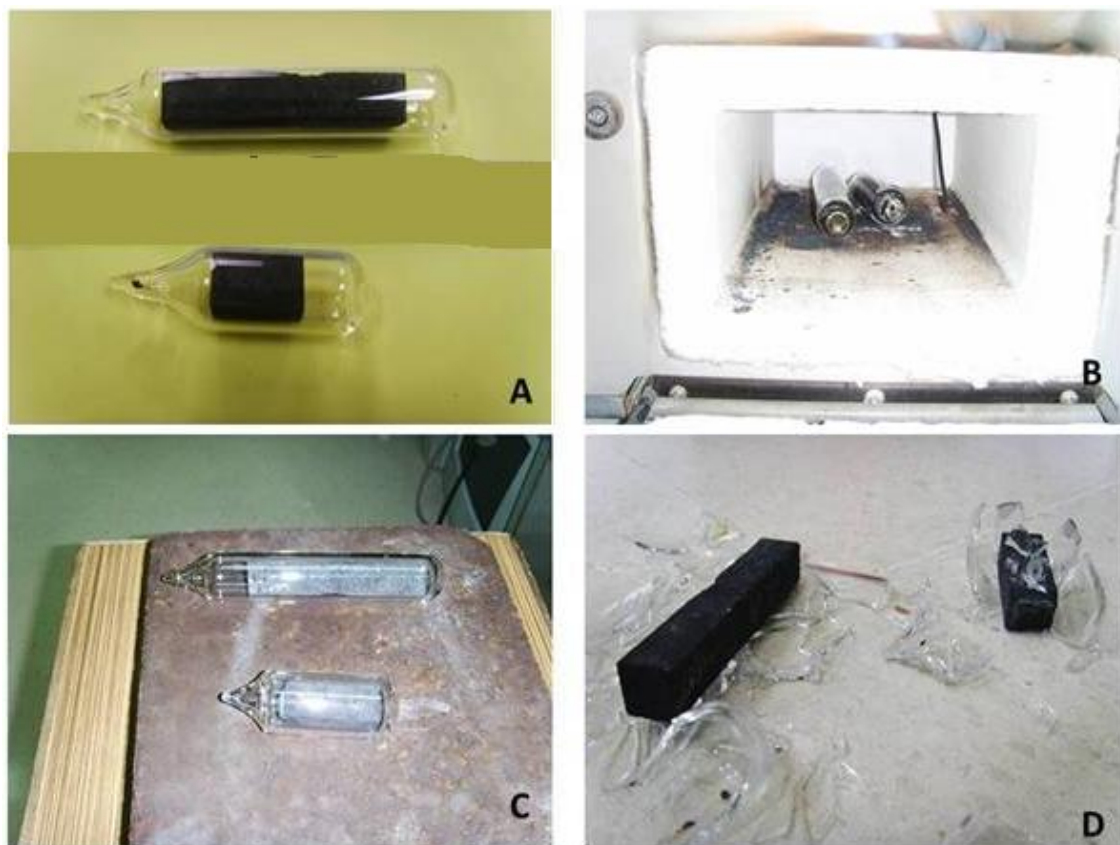


**Figura 34.** Proceso de encapsulamiento de la muestra experimental en ampollas de cuarzo y al vacío.

Una vez tenemos encapsulado al vacío el acero experimental (Figura 35A), se procede a su introducción en el horno (Figura 35B). El tratamiento térmico se llevo a cabo con períodos de tiempo que oscilaron entre unas pocas horas y 10.000 horas. Se actuó así para poder ver la evolución en la formación de los precipitados de los carburos de hierro. Las cápsulas aguantaron todos los tratamientos térmicos (Figura 35C). Posteriormente se rompieron para poder preparar la muestra para su observación metalográfica e introducir en otras cápsulas el resto de las muestras, con el cometido de continuar con las fases de tiempo creciente en el tratamiento térmico (Figura 35D). Así sucesivamente hasta extraer la última muestra con un tratamiento de 10.000 horas, todas ellas obtenidas con la microcortadora de disco de diamante marca REMET tipo MICROMET (Figura 36).



En la preparación metalográfica de las probetas de las muestras experimentales se procedió de manera análoga a las arqueológicas, siendo las únicas diferencias que no se hizo necesaria la embutición en resina ni el *sputtering* conductor de oro, debido a que son probetas conductoras de toda su masa (Figura 37).



**Figura 35.** Proceso de tratamiento térmico de las muestras experimentales de incineración.



**Figura 36.** Microcortadora de disco de diamante marca REMET tipo MICROMET



**Figura 37.** Probetas de las muestras de acero experimental de incineración.

### 3.3.2. Preparación de las muestras experimentales de incendio

Para el caso de la reproducción experimental de los incendios se volvió a tomar como muestra experimental el acero AISI 1005 (0,06% máx. Carbono; 0,45% máx. Silicio; 0,35% máx. Manganeso; 0,04 máx. Fósforo; 0,05% máx. Azufre).

Las estructuras de los aceros de niveles de incendio observadas se producen debido a un enfriamiento muy lento después de haber alcanzado picos de temperatura que superaron la transformación eutectoide o se quedaron cerca de ella (Apraiz, 1968: 299-308) (Figura 3). Después de interpretar estas microestructuras se ha reproducido en laboratorio los ciclos térmicos de incendio detectados en las piezas arqueológicas, ya que aunque aparecen las mismas estructuras, se distribuyen de manera diferente según la temperatura alcanzada y el tiempo transcurrido, que en un incendio puede variar de un lugar a otro.

Se llevaron a cabo dos tipos de calentamiento del acero AISI 1005 en un Horno de Resistencia de Carbolite de una potencia de 800 W (Figura 33). El primero consistió en elevar la temperatura hasta los 750° C a 780° C, manteniéndose entre 10 y 30 minutos, dejándolo enfriar en el horno con un gradiente térmico inferior a 0,5° C por minuto. El segundo tratamiento consistió en elevar la temperatura hasta los 900° C entre 10 y 30 minutos, dejando enfriar de nuevo con un gradiente térmico inferior a los 0,5° C por minuto.

Para la preparación de las probetas se extrajeron muestras de manera análoga a las muestras experimentales de estructuras de incineración, cortando la barra de acero tratada con la microcortadora de disco de diamante marca REMET tipo MICROMET (Figura 36).

Una vez extraída la muestra para la preparación metalográfica se procedió de manera idéntica, de nuevo, que con las muestras experimentales de incineración. Después de la preparación de las

probetas se llevó a cabo un ataque con Nital al 4% el cual elimina las zonas de ferrita con más alto contenido energético, resaltando de esta manera las estructuras como la perlita y el límite de grano. Tampoco en este caso se hizo necesaria la embutición en resina ni el *sputtering* de oro, ya que la probeta era conductora en toda su masa.

En el caso de las muestras experimentales de estructuras de incendio, a parte de las diferencias sustanciales en el tratamiento térmico, respecto a las de incineración, no fue necesario el encapsulamiento en ampollas de cuarzo al vacío, debido a que el tratamiento térmico al que fueron sometidas era corto en el tiempo: elevación de la temperatura, en los dos casos diferentes, y enfriamiento lento en el horno, lo que conlleva que no exista peligro de decarburación.

### **3.4. Descripción de las Técnicas Instrumentales**

#### **3.4.1. Microscopio Óptico**

Entre las técnicas utilizadas la primera a destacar es la Microscopía Óptica (Figura 38), que sirvió para evaluar el estado del pulido de la probeta y el ataque con nital o picral. Además sirvió como una primera aproximación a la observación de la muestra. Se utilizó campo claro y campo oscuro, luz polarizada y, en ocasiones, filtro verde para resaltar las microestructuras reflejadas en las micrografías. Este microscopio se encuentra en el Laboratorio de Tecnología Mecánica y Arqueometalurgia de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Complutense de Madrid.

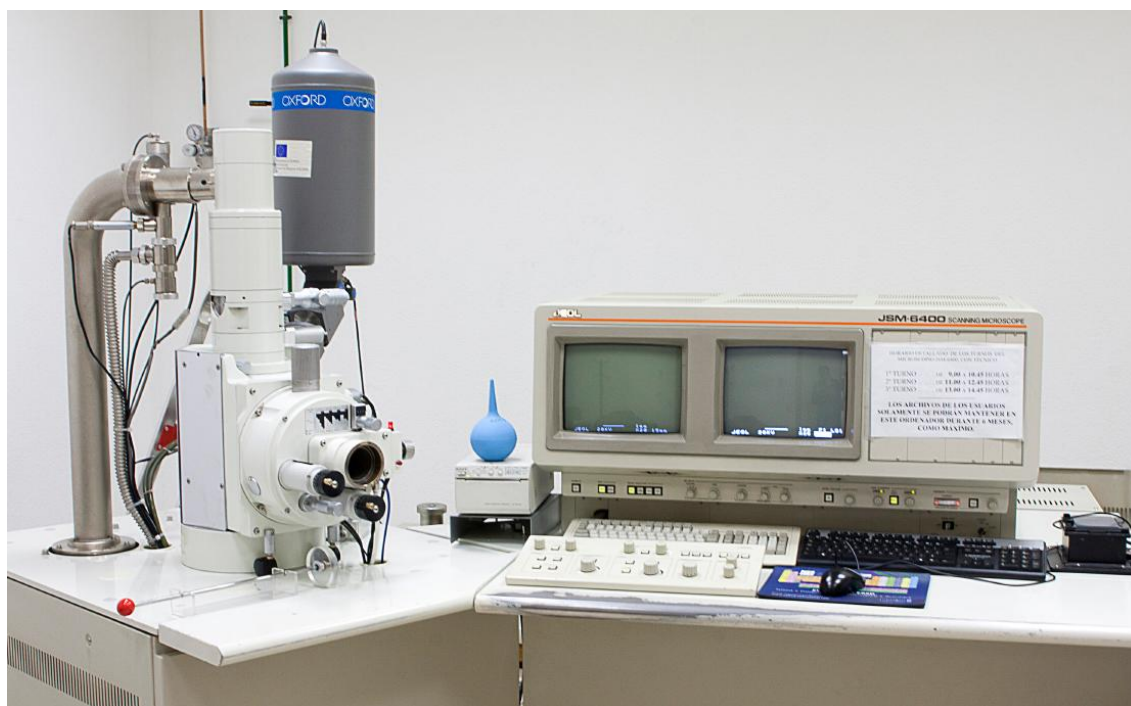




**Figura 38.** Microscopio Óptico.

### 3.4.2. Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Después del primer acercamiento en el Microscopio Óptico se procedió a la observación metalográfica mediante Microscopía Electrónica de Barrido, en el Centro Nacional de Microscopía Electrónica de la Universidad Complutense de Madrid, con el microscopio JEOL 6400 JSM (Figura 39).



**Figura 39.** Microscopio Electrónico de Barrido JEOL 6400 JSM.

Se trata de la técnica principal y fundamental de observación metalográfica del presente trabajo. Esta técnica tiene como principio básico hacer incidir un delgado haz de electrones acelerados, con energías que van de unos cientos eV hasta una decena de KeV (siendo un eV la energía asociada con un cambio de voltio en el potencial de un electrón), sobre una muestra gruesa, opaca a los electrones. Este haz se focaliza sobre la superficie de la muestra de forma que realiza un barrido de la misma siguiendo una trayectoria de líneas paralelas.

De todas las formas de radiación resultantes de la interacción del haz incidente y la muestra, hay dos realmente fundamentales en el Microscopio Electrónico de Barrido: los electrones secundarios y los electrones retrodispersados. Los primeros son los electrones de baja energía (decenas de eV) que resultan de la emisión por parte de los átomos constituyentes de la muestra (los más cercanos a la superficie), debido a la colisión con el haz incidente. Los electrones retrodispersados son electrones del haz incidente que, interaccionando con los átomos de la muestra, han sido reflejados. La intensidad de ambas emisiones

varía en función del ángulo que forma el haz incidente con la superficie del material, es decir, depende de la topografía de la muestra.

La señal emitida por los electrones y radiación resultantes del impacto se recoge mediante un detector y se amplifica para cada posición de la sonda. Las variaciones en la intensidad de la señal, que se producen conforme la sonda barre la superficie de la muestra, se utilizan para variar la intensidad de la señal en un tubo de rayos catódicos que se desplaza en sincronía con la sonda. De esta forma existe una relación directa entre la posición del haz de electrones y la fluorescencia producida en el tubo de rayos catódicos. El resultado es una imagen topográfica muy ampliada de la muestra.

El aumento de la imagen producido por el Microscopio Electrónico de Barrido resulta de la relación entre las dimensiones de la imagen final y el área de la muestra que ha sido barrida. Así, por ejemplo, si la sonda barre un área de 1 mm<sup>2</sup> de la muestra y la imagen de la pantalla es de 100 mm<sup>2</sup>, ésta ha sido ampliada 100 veces. Este microscopio tiene un rango de aumentos que varía desde 10 hasta 200.000, con una distancia focal de 35 mm. El poder de resolución del microscopio es determinado directamente por el área mínima que la sonda es capaz de escanear, el menor diámetro de la sonda con un número mínimo de electrones.

Como se ha apuntado en la preparación de las muestras, si la probeta no es buena conductora se recubre con una película de oro o grafito, para evitar que se cargue cuando sea irradiada. El tipo de *sputtering* depende de la naturaleza metálica de la muestra que se desea analizar.

En cuanto a los modos de operación, el microscopio dispone de varios sistemas de detección y es posible diferenciar entre energías electrónicas, principalmente las señales producidas por los electrones secundarios y los electrones retrodispersados. Con los primeros se

obtiene una imagen de la muestra de apariencia tridimensional. La intensidad de los segundos depende del número atómico de los átomos de la muestra, así los átomos más pesados producen mayor cantidad de *electrones retrodispersados*. Una imagen originada por ellos revela la composición química por diferencias de contraste.

### 3.4.3. Microscopía Electrónica de Barrido de Emisión de Campo (SEM-FEG)

Esta técnica, más sofisticada que la Microscopía Electrónica de Barrido, también se aplicó en el Centro Nacional de Microscopía Electrónica de la Universidad Complutense de Madrid. De todas las muestras se ha empleado para dos de ellas de cada uno de los casos que estudiamos en el presente trabajo. Entre las piezas cremadas se ha aplicado al *pillum* del Museo del Cobre (Cerro Muriano, Córdoba) y para la tachuela de la necrópolis de Villanueva de Teba (Burgos). Entre las muestras que han sufrido incendio se ha aplicado a la lanza de Numancia (Soria) y la cota de malla del Museo Armería Vitoria-Gasteiz.

El SEM-FEG trabaja utilizando como fuente de electrones un cañón de emisión de campo que proporciona haces de electrones de alta y baja energía más focalizados, lo que permite mejorar la resolución espacial y minimizar cargas sobre la muestra. Proporciona imágenes y datos fisicoquímicos de la superficie de ésta, disponiendo de distintos detectores en función de las necesidades. El aparato empleado fue el JEOL JSM 6335 F del Centro Nacional de Microscopía Electrónica (Figura 40).



**Figura 40.** Microscopio Electrónico de Barrido de Emisión de Campo JEOL JSM 6335 F.

#### 3.4.4. Microsonda Electrónica (EPMA)

En esta técnica se empleó el microscopio JEOL Superprobe JXA-8900 M, MICROSONDA WDS (EPMA, Electron Probe Micro Analyzer), también en el Centro Nacional de Microscopía Electrónica de la Universidad Complutense de Madrid (Figura 41). En concreto se aplicó a dos piezas de todo el repertorio para comprobar la composición de los precipitados en la matriz ferrítica de dos piezas: el *pillum* del Museo del Cobre de Cerro Muriano (Córdoba) y la *falcata* cedida por el Museo Armería Vitoria-Gasteiz.





**Figura 41.** Microsonda Electrónica JEOL Superprobe JXA-8900 M, MICROSONDA WDS.

Este tipo de técnica se basa en el bombardeo de electrones sobre la muestra, el cual genera Rayos X que son exhaustivamente analizados. De esta manera, con la longitud de onda o la intensidad de las líneas en el espectro de Rayos X, los elementos presentes pueden ser identificados y sus concentraciones estimadas. Así el uso de un haz de electrones muy finamente focalizado consigue seleccionar un área muy pequeña para ser analizada.

Los análisis cualitativos, esto es la identificación de los elementos presentes, suponen la grabación del espectro mediante un espectrómetro de Rayos X, por encima del rango de longitudes de onda o energías dentro de las cuales las líneas relevantes pueden estar presentes. Las líneas son identificables por referencia a tablas.

En los análisis cuantitativos las intensidades de las líneas de Rayos X de la muestra son comparadas con aquellas originadas por estándares de composición conocida. Las intensidades medidas requieren ciertas correcciones instrumentales, incluyendo la eliminación del fondo, del que es origen principalmente el espectro continuo

(fotones emitidos por electrones decelerados en colisiones con átomos). La composición en el punto analizado es calculada a partir de las intensidades, corregidas por la matriz de correcciones, que tiene en cuenta los diferentes factores que gobiernan la relación entre intensidad y composición. Esto es lo que se aplica comúnmente en forma de correcciones ZAF (factores de corrección separados dependientes del número atómico, de la absorción y de la fluorescencia).

En los análisis de Microsonda Electrónica, el espectro de Rayos X es grabado con un espectrómetro de dispersión de longitudes de onda (WDS, wavelength-dispersive-spectrometers) o de dispersión de energía (EDS, energy-dispersive-spectrometers). El primero utiliza un cristal director que actúa como un monocromador, seleccionando una longitud de onda cada vez, dependiendo del ángulo de incidencia de los Rayos X. Muchos instrumentos tienen dos o más espectrómetros con cristales que cubren diferentes rangos de longitudes de onda. Los espectrómetros de energía dispersiva emplean detectores complementarios de Rayos X en estado sólido. Los EDS graban el espectro completo simultáneamente, analizando la altura del pulso electrónico para tipos de pulsos producidos en el detector de acuerdo con la energía de los Rayos X.

Finalmente, los electrones incidentes tienen normalmente una energía cinética de entre 10 y 30 KeV, penetrando la muestra a una profundidad del orden de un micrómetro, extendiéndose lateralmente a una distancia similar. Esto impone un límite inferior para el volumen analizado y por tanto para la resolución espacial. La mejora de la resolución mediante la reducción de la energía del electrón es generalmente impracticable, ya que éstos deben poseer suficiente energía para conseguir una excitación eficiente de Rayos X.





## 4. RESULTADOS

---



#### **4.1. Muestras arqueológicas de ritos crematorios**

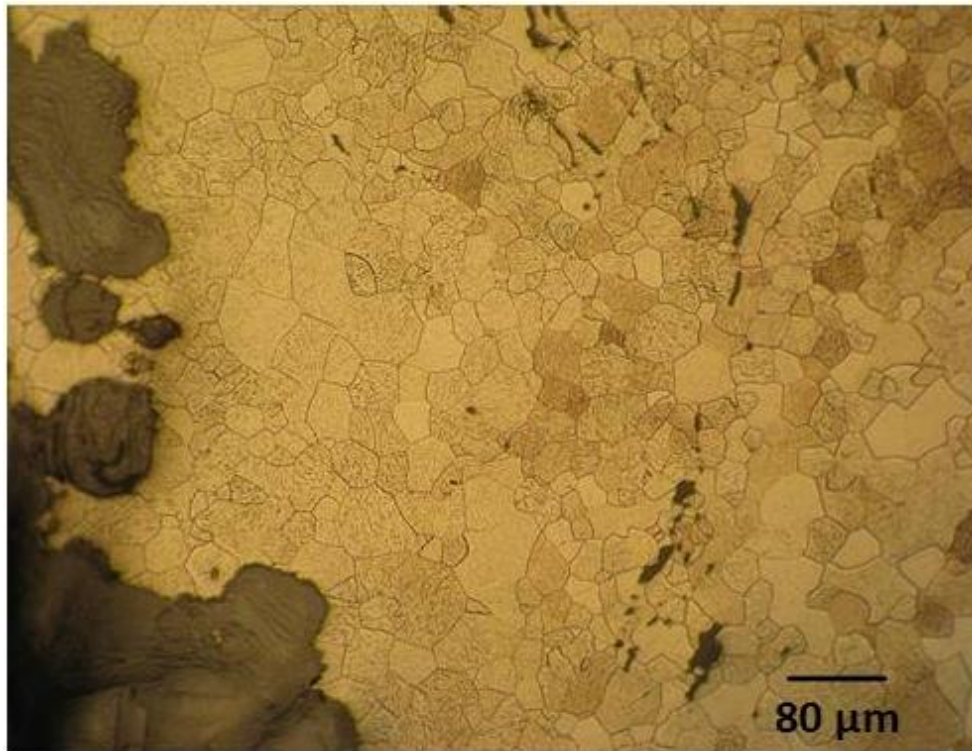
##### **4.1.1. Pillum (Museo del Cobre, Cerro Muriano, Córdoba)**

La pieza objeto de estudio presenta un estado de conservación bastante deteriorado pero conservando parte del recubrimiento de magnetita de la punta, aunque el resto parece haber saltado debido a la acción del fuego crematorio (Figura 42).

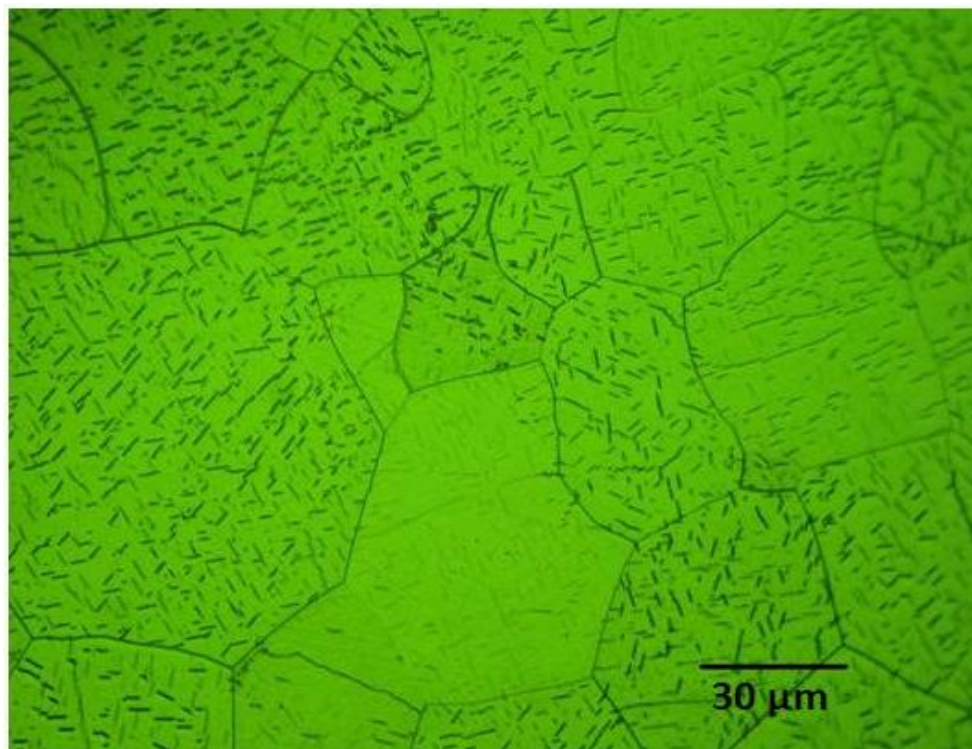


**Figura 42.** *Pillum* (Museo del Cobre, Cerro Muriano, Córdoba) (Escala: 10 cm).

En la primera observación mediante Microscopía Óptica se refleja una estructura de granos de ferrita con morfologías equiaxiales con precipitados de carburos de hierro en el interior de éstos (Figura 43). La Figura 44 es una ampliación de la anterior utilizando campo claro con filtro verde donde se aprecia nítidamente la precipitación masiva de los cristales de cementita, en color negro, dentro de los distintos granos ferríticos ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ).



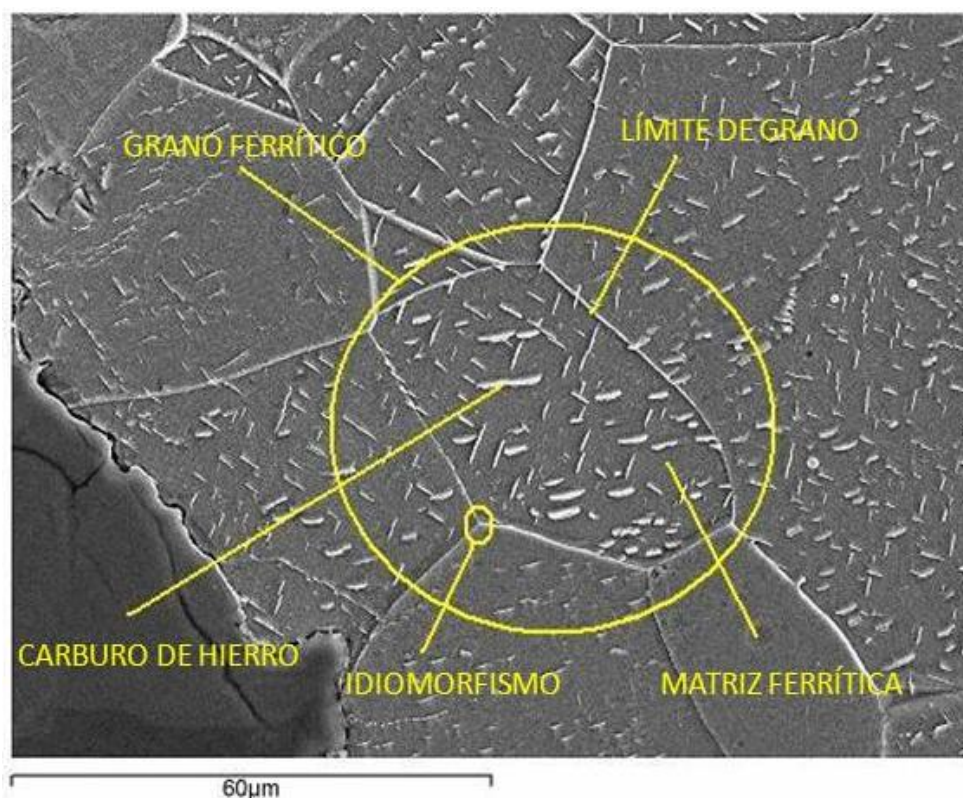
**Figura 43.** Imagen del Microscopio Óptico mostrando la estructura de granos de ferrita con morfologías equiaxiales y precipitados de carburos de hierro en el interior de éstos.



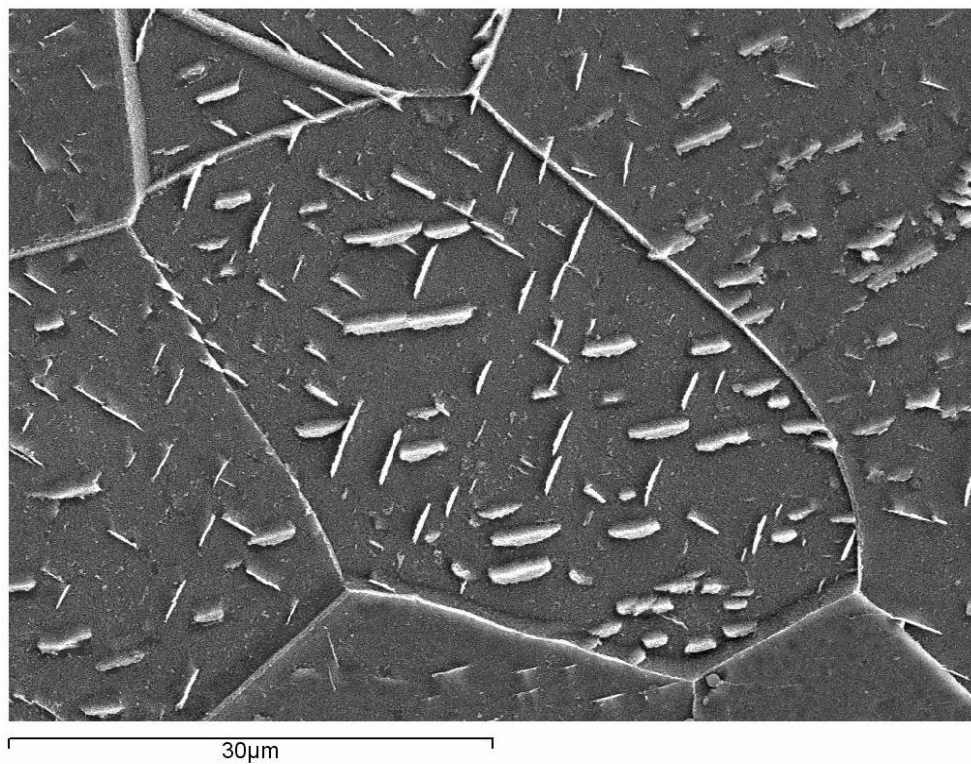
**Figura 44.** Imagen del Microscopio Óptico utilizando campo claro con filtro verde mostrando la estructura de granos de ferrita con morfologías equiaxiales y precipitados de carburos de hierro en el interior de éstos.



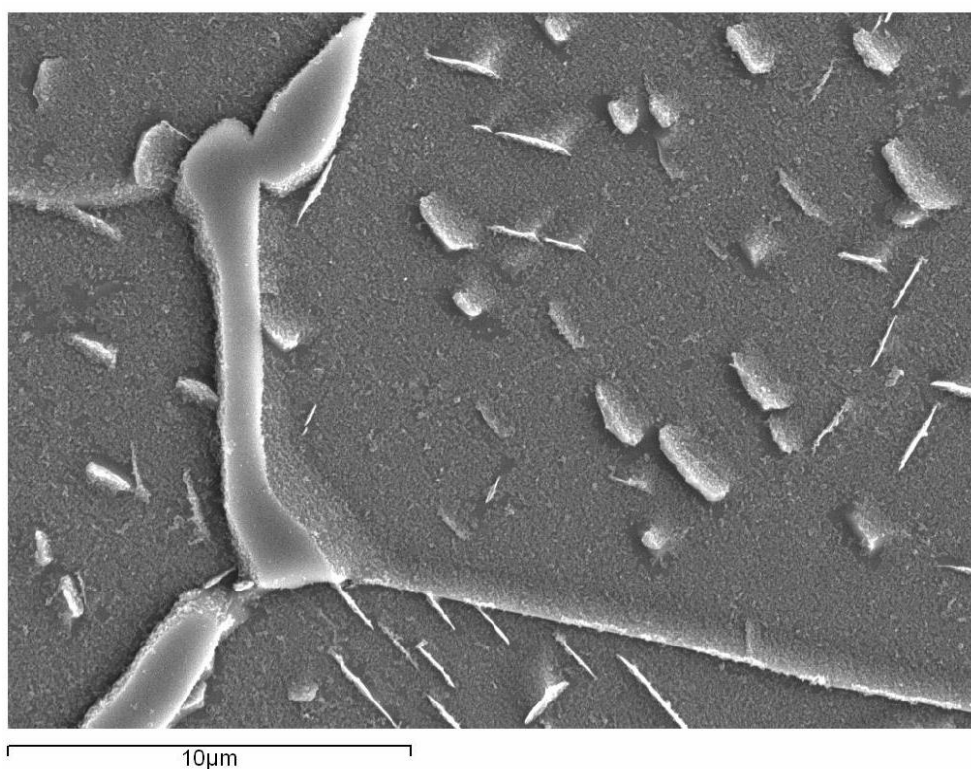
Mediante la observación en Microscopía Electrónica de Barrido los carburos de hierro precipitados se presentan en su totalidad como cristales aciculares. La Figura 45 muestra varios granos de ferrita con sus precipitados y la Figura 46, más ampliada, revela que el tamaño encontrado de éstos es muy homogéneo (entre 5 y 10 micrómetros), así como su distribución dentro de los granos ferríticos. No se aprecia la ausencia de carburos junto en el límite de grano, pero sí se observa que éste, en ocasiones, está enteramente formado por cementita continua (Figura 47). Los carburos de hierro se disponen orientados en estructura Windmanstätten unos con respecto a otros, de manera evidente. Algunos de ellos llegan a tocar e incluso atravesar algún límite de grano, cambiando en orientación a los planos preferentes de ambos granos (Figura 46).



**Figura 45.** Imagen de MEB mostrando la estructura de un grano ferrítico delimitado por el límite de grano y con precipitados de carburo de hierro en estructura Widmanstätten en el interior de la matriz ferrítica.



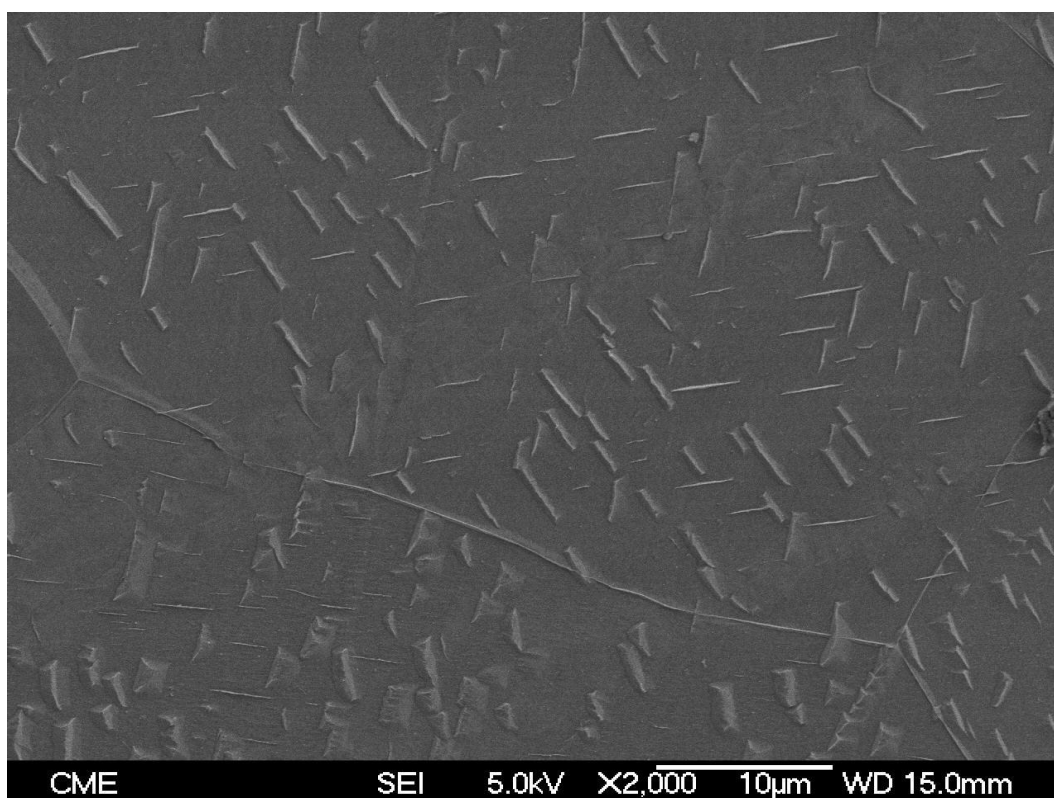
**Figura 46.** Imagen de detalle de MEB a mayores aumentos de la Figura 45.



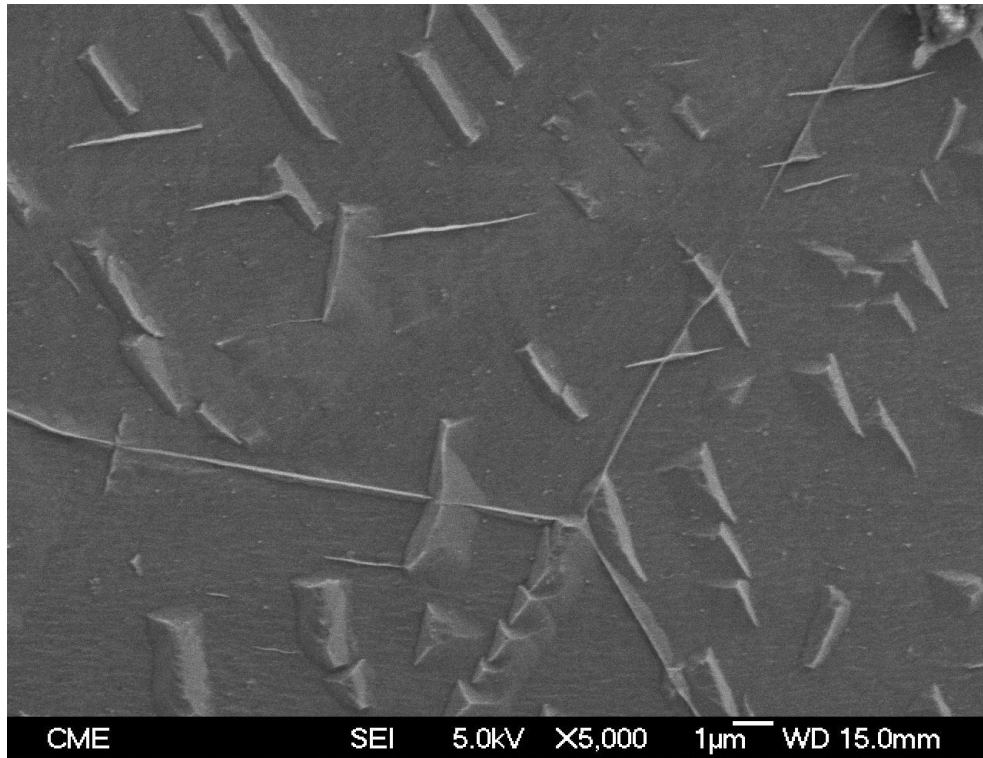
**Figura 47.** Imagen de MEB mostrando en detalle los precipitados aciculares de carburo de hierro.



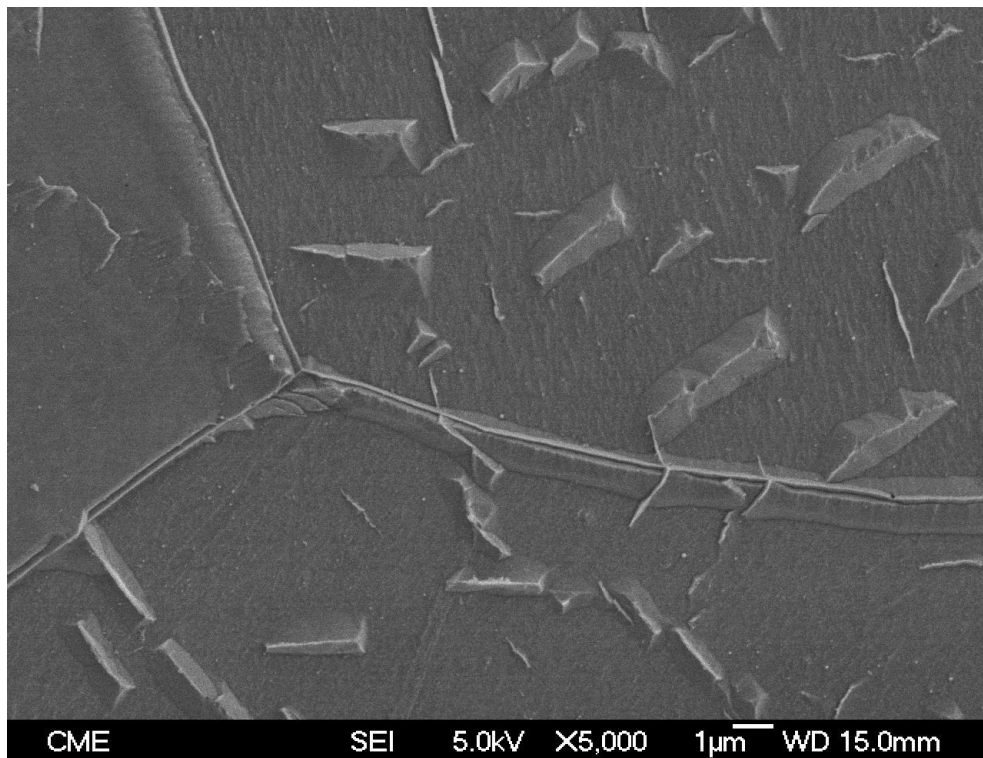
Las imágenes de cristales de carburos de hierro obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido de Emisión de Campo muestran un carácter idiomórfico muy marcado, producto de la lenta precipitación en el seno de la ferrita, por difusión del carbono a lo largo de miles de años. Esta difusión lenta produce un idiomorfismo evidente, caracterizándose por las formas prismáticas de los cristales idiomórficos de cementita. En la Figura 48 se observan granos de ferrita con cristales prismáticos de cementita (ortorrómbico) en estructura Widmanstätten con una precipitación masiva. En la Figura 49 se muestran los cristales idiomórficos de cementita prismáticos emergiendo a la superficie de pulido y ataque químico y la precipitación de cementita en el límite de grano ferrítico. Finalmente en la Figura 50 se observa claramente la corteza de cementita continua presente en los límites de grano ferríticos.



**Figura 48.** Imagen de SEM-FEG mostrando granos de ferrita con cristales prismáticos de cementita (ortorrómbico) en estructura Widmanstätten con una precipitación masiva.



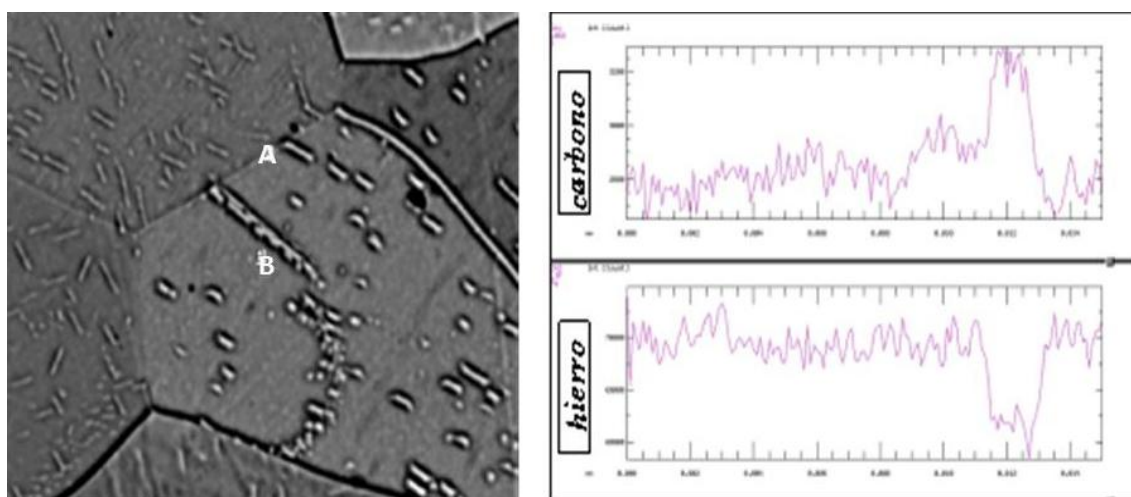
**Figura 49.** Imagen de SEM-FEG mostrando cristales idiomórficos de cementita prismáticos emergiendo a la superficie de pulido y ataque químico y la precipitación de cementita en el límite de grano ferrítico.



**Figura 50.** Imagen de SEM-FEG mostrando la corteza de cementita continua presente en los límites de grano ferríticos.



Para comprobar la composición de estos precipitados ésta fue una de las muestras a las que se le aplicó el análisis por Microsonda Electrónica. Con éste se pretendía hacer una serie de medidas de composición entre dos puntos de la muestra. Los resultados se ofrecen en la gráfica de la Figura 51, en la cual se muestra que sólo se detectan dos componentes: el carbono y el hierro. Los picos de aumento de concentración de carbono asociado al decremento de concentración de hierro, coinciden con la imagen de los precipitados. Por tanto este análisis confirma que la composición de los precipitados es de cristales de cementita ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) y descarta la presencia de nitrógeno.



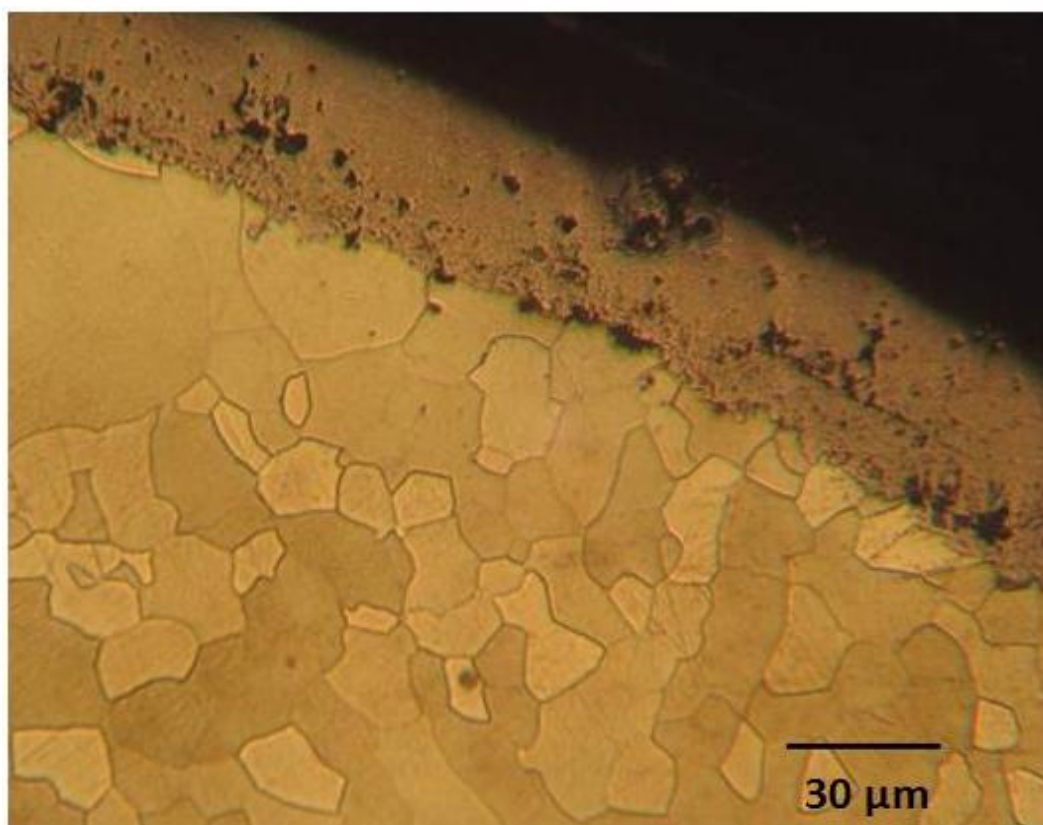
**Figura 51.** Análítica por Microsonda Electrónica haciendo una serie de medidas de composición entre dos puntos de la muestra.

#### 4.1.2. Falcata (Museo Armería de Vitoria-Gasteiz)

Como se ha apuntado anteriormente esta pieza pertenecía a una colección particular que fue cedida, junto a otras, al Museo Armería de Vitoria-Gasteiz. Su estado de conservación es bueno excepto algunas exfoliaciones de la capa superficial de magnetita (Figura 52). Ya en la primera aproximación con el Microscopio Óptico son visibles nítidamente los granos de ferrita en el núcleo metálico de la pieza y la capa de magnetita artificial en superficie (Figura 53).



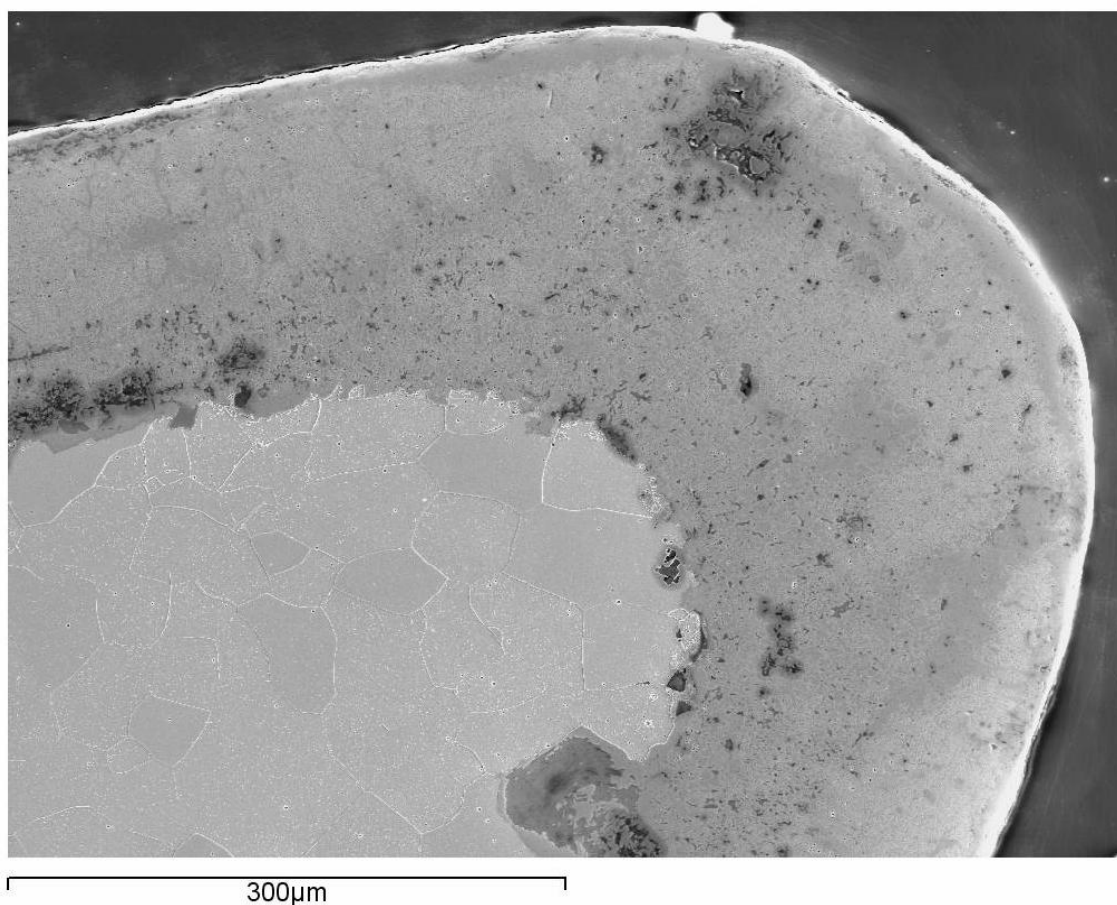
**Figura 52.** Falcata (Fuente: Museo Armería de Vitoria-Gasteiz) (Escala: 10 cm).



**Figura 53.** Imagen de Microscopía Óptica mostrando los granos de ferrita en el núcleo metálico de la pieza y la capa de magnetita artificial en superficie.

En la observación con el Microscopio Electrónico de Barrido se vuelven a apreciar los granos ferríticos, que no poseen un tamaño homogéneo debido a procesos de recristalización y de nuevo la capa de magnetita en la superficie. A pocos aumentos se empiezan a

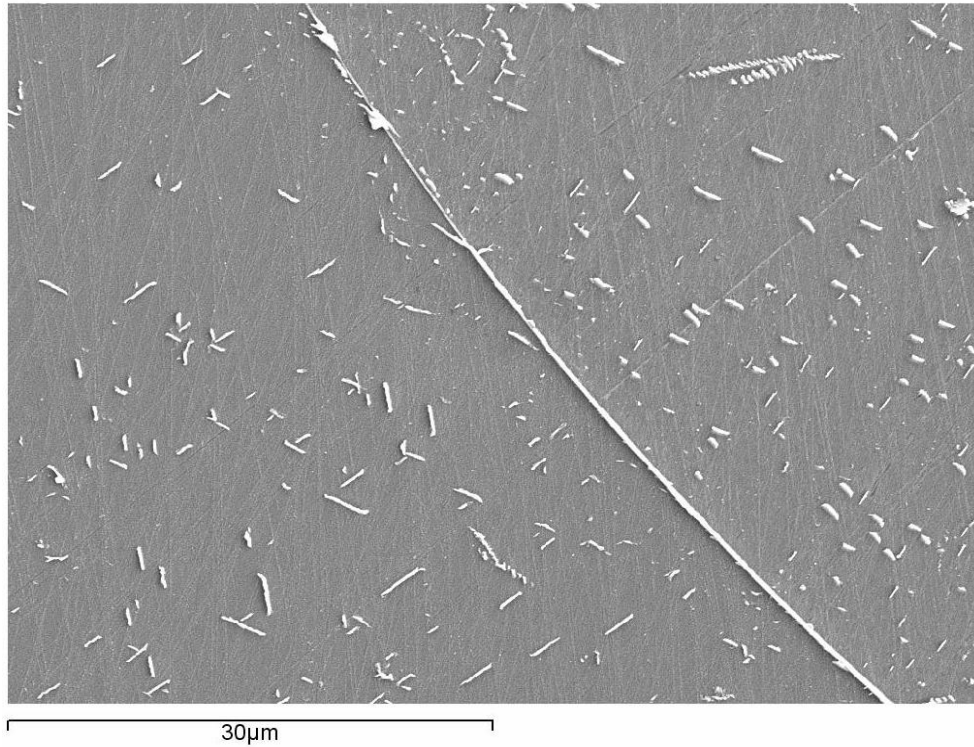
distinguir los precipitados de carburos de hierro en el interior de los granos ferríticos (Figura 54).



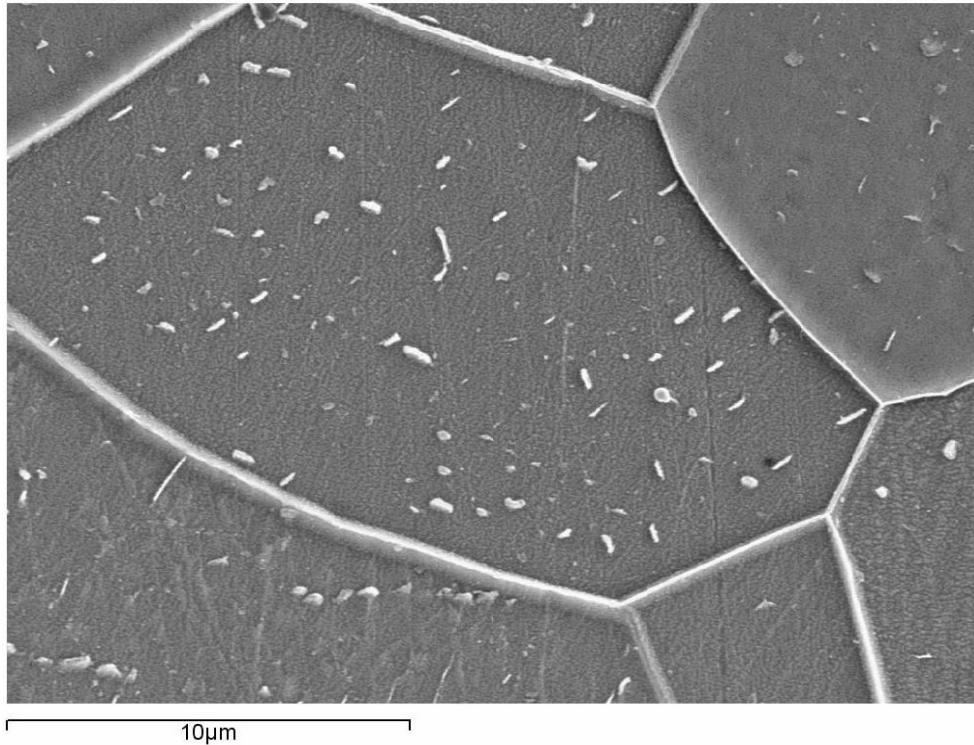
**Figura 54.** Imagen de MEB mostrando el interior metálico con los granos ferríticos con precipitados de carburos de hierro y la capa superficial de magnetita.

A mayores aumentos se puede apreciar como la orientación de los precipitados de carburo de hierro es la correspondiente a la estructura Widmanstätten, con gran homogeneidad en su reparto y morfología. También se puede observar la cementita continua en los límites de grano (Figura 55). En algunos granos los tamaños de los precipitados aciculares de carburo de hierro son pequeños, entorno a un micrómetro (Figura 56), mientras que en otros son de mayor tamaño, entorno a 3-4 micrómetros (Figura 57), debido a que los más grandes están en proceso de crecimiento a costa de los más pequeños (Porter y Easterling, 1981: 279-287; Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23).

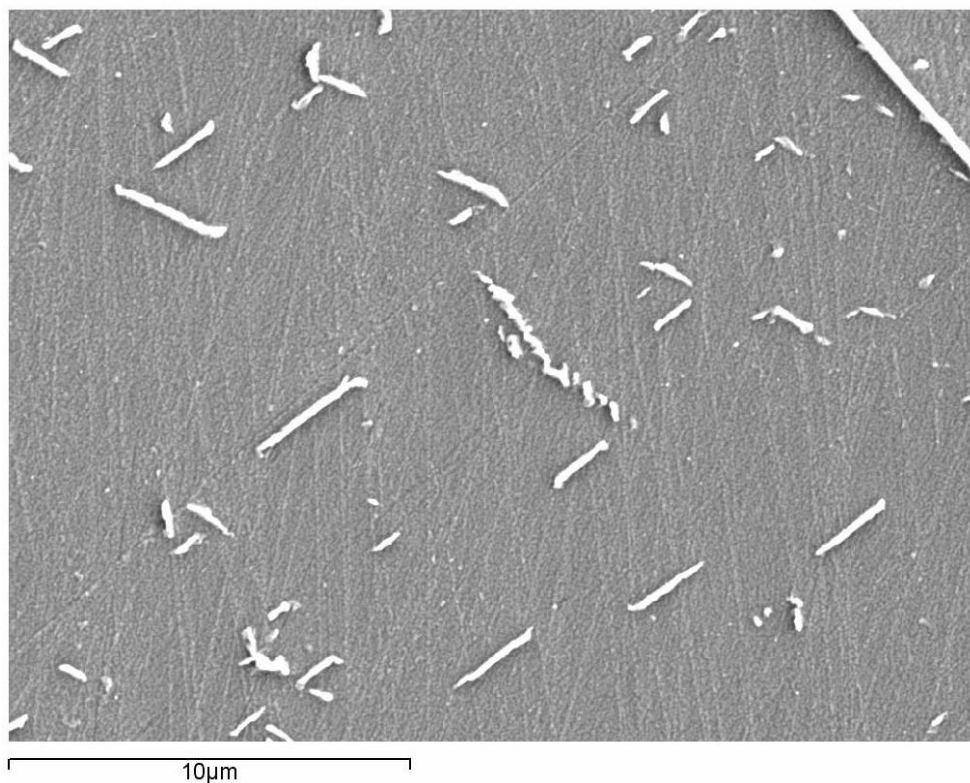




**Figura 55.** Imagen de MEB mostrando la orientación de los precipitados de carburo de hierro en estructura Widmanstätten, con gran homogeneidad en su reparto y morfología. También se puede apreciar la cementita continua en el límite de grano.

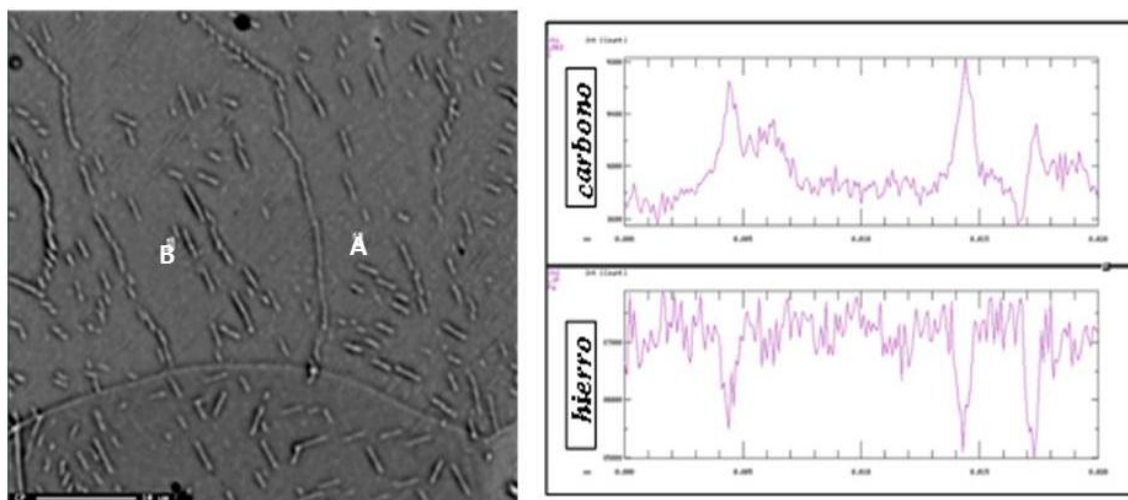


**Figura 56.** Imagen de MEB de detalle de un grano ferrítico con precipitados de carburo de hierro en su interior y cementita continua en el límite de grano.



**Figura 57.** Imagen de MEB con detalle de los precipitados de carburo de hierro en su interior.

En esta muestra se practicó la segunda analítica de Microsonda Electrónica para comprobar la composición de los precipitados en forma de agujas. Se hicieron de nuevo análisis de composición entre dos puntos que corroboraron que se trata de carburos de hierro según el perfil analítico de la Figura 58.



**Figura 58.** Analítica por Microsonda Electrónica haciendo una serie de medidas de composición entre dos puntos de la muestra.

### 4.1.3. Tachuela, hebilla de placas de defensa y punta de lanza (Necrópolis de Villanueva de Teba, Burgos)

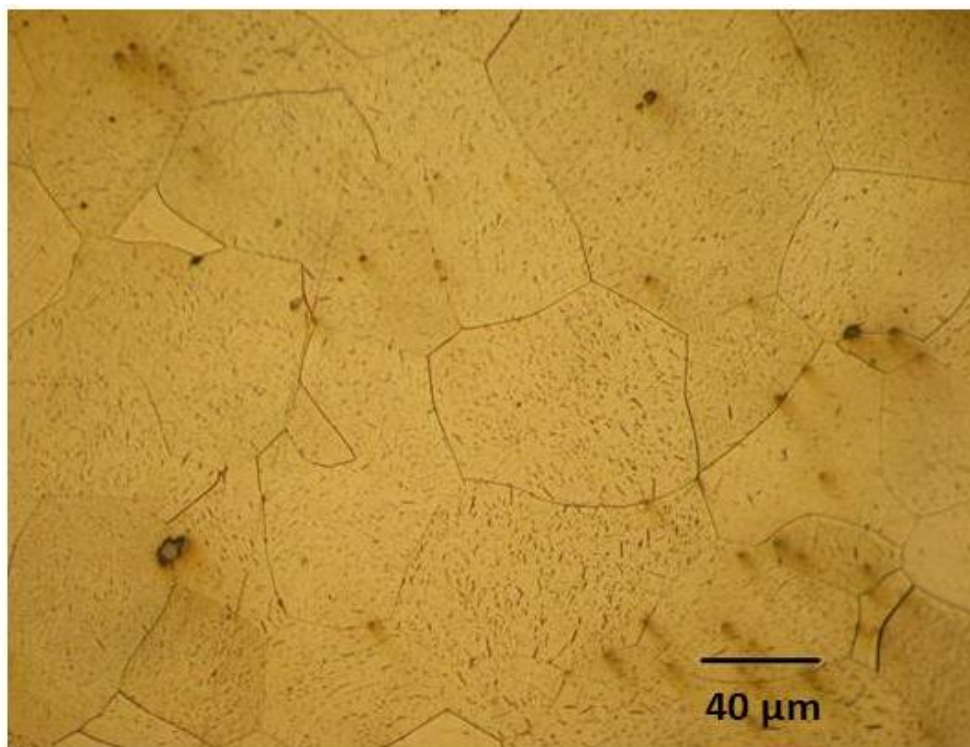
#### 4.1.3.1. Tachuela

La primera de las piezas es la tachuela (Figura 59). Ya con el Microscopio Óptico, tanto en campo claro (Figura 60) como campo claro y filtro verde, a más aumentos (Figura 61), muestra la aparición de precipitados de cristales de cementita con la morfología acicular típica de las muestras arqueológicas incineradas, en el interior de los granos de ferrita idiomórficos.

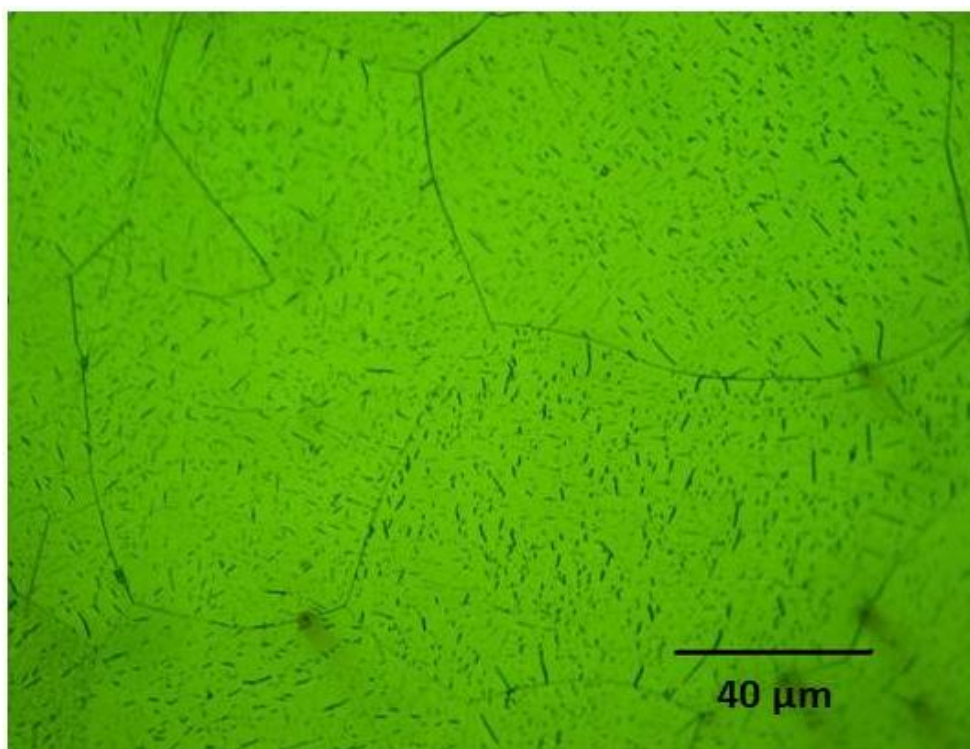


**Figura 59.** Probeta de la tachuela de la necrópolis de Villanueva de Teba (Burgos).





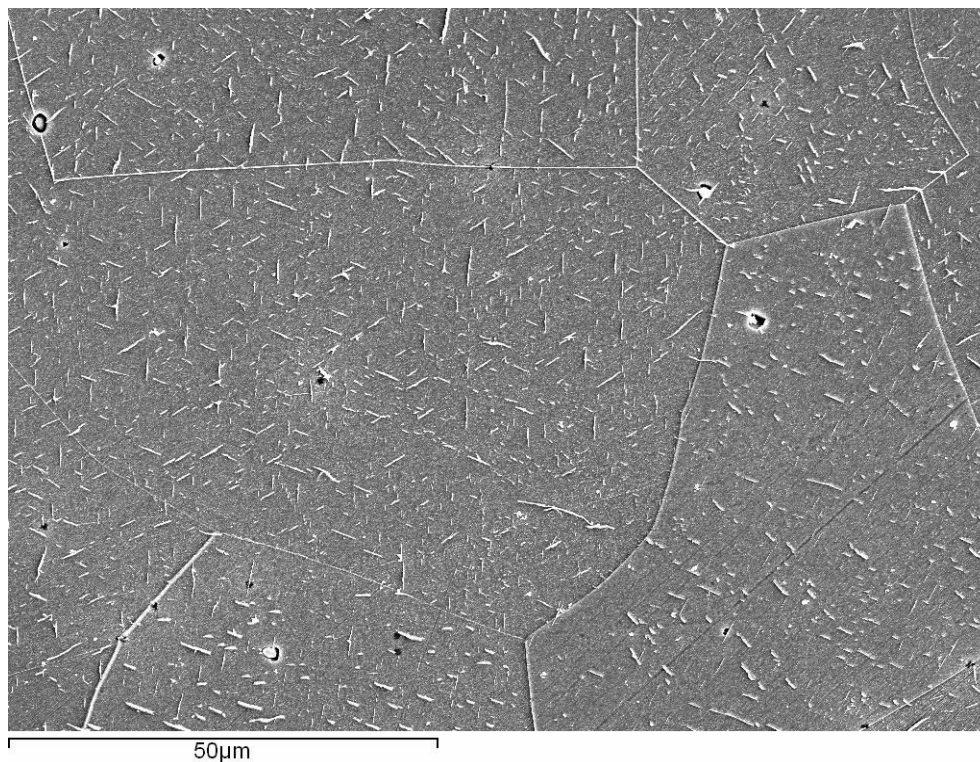
**Figura 60.** Imagen de Microscopía Óptica mostrando la aparición de precipitados de cristales de cementita con morfología acicular en el interior de los granos de ferrita idiomórficos.



**Figura 61.** Imagen de Microscopía Óptica con campo claro y filtro verde a mayores aumentos que la Figura 60.



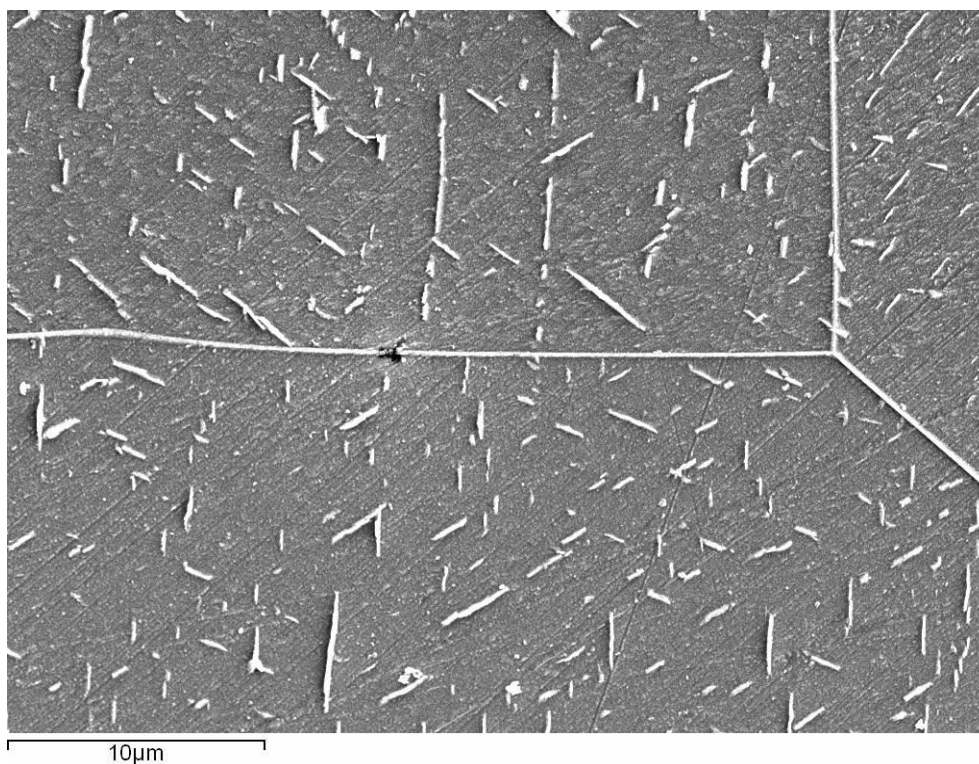
En el Microscopio Electrónico de Barrido la precipitación de los carburos de hierro en la matriz ferrítica y en estructura Widmanstätten es evidente y masiva (Figura 62).



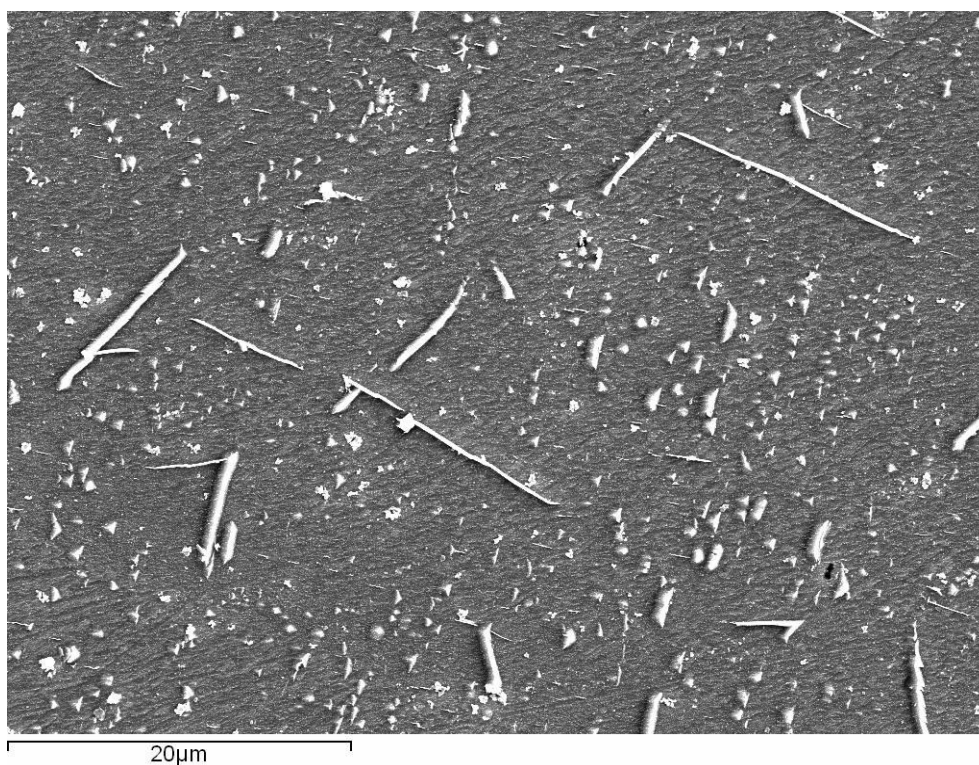
**Figura 62.** Imagen de MEB mostrando la precipitación masiva de carburos de hierro en la matriz ferrítica de los granos ferríticos.

Los granos de ferrita presentan forma equiaxial en la que, en general, los puntos triples de unión de tres granos se aproximan a los  $120^\circ$  del cristal metálico ideal (Figura 63). Los cristales de carburo de hierro se encuentran homogéneamente repartidos y con gran similitud en tamaño, en torno a los 5 micrómetros, y morfología, exceptuando algunas zonas en los que están en plena evolución a aumento y disminución según el caso (Figura 64). En numerosos casos el límite de grano presenta cementita continua, no apreciándose en la zona adyacente un empobrecimiento en precipitados de carburo de hierro. Incluso se llegan a observar algunos cristales de cementita atravesando el límite de grano, respetando las orientaciones de cada uno de ellos (Figura 65).



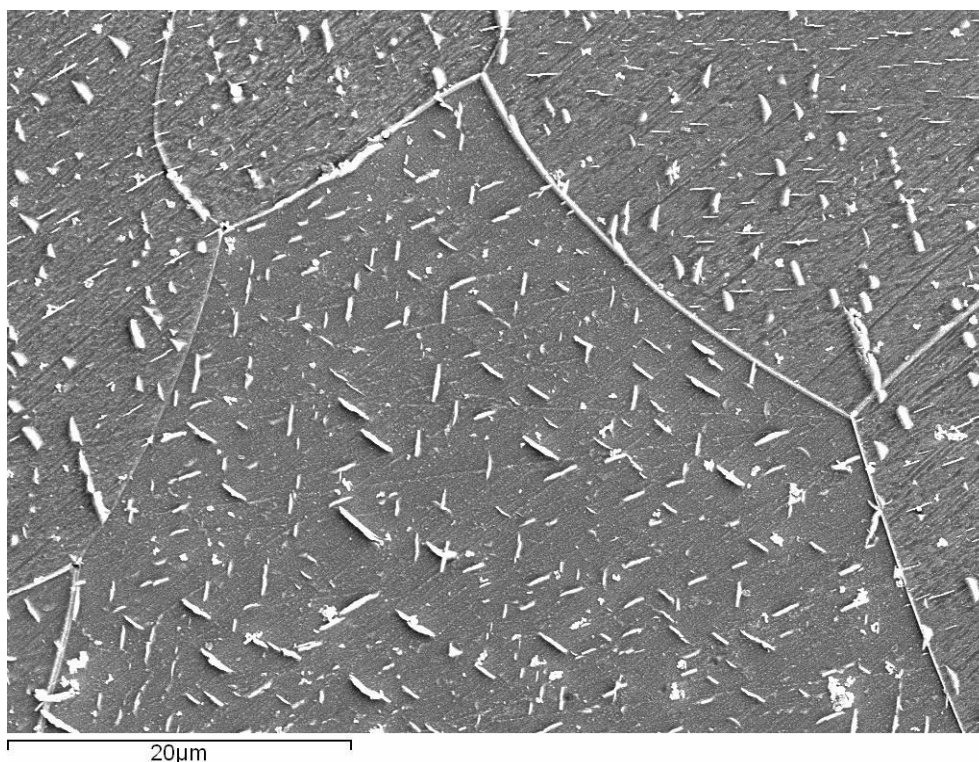


**Figura 63.** Imagen de MEB mostrando la forma equiaxial en la que los puntos triples de unión de tres granos se aproximan a los 120° del cristal metálico ideal.



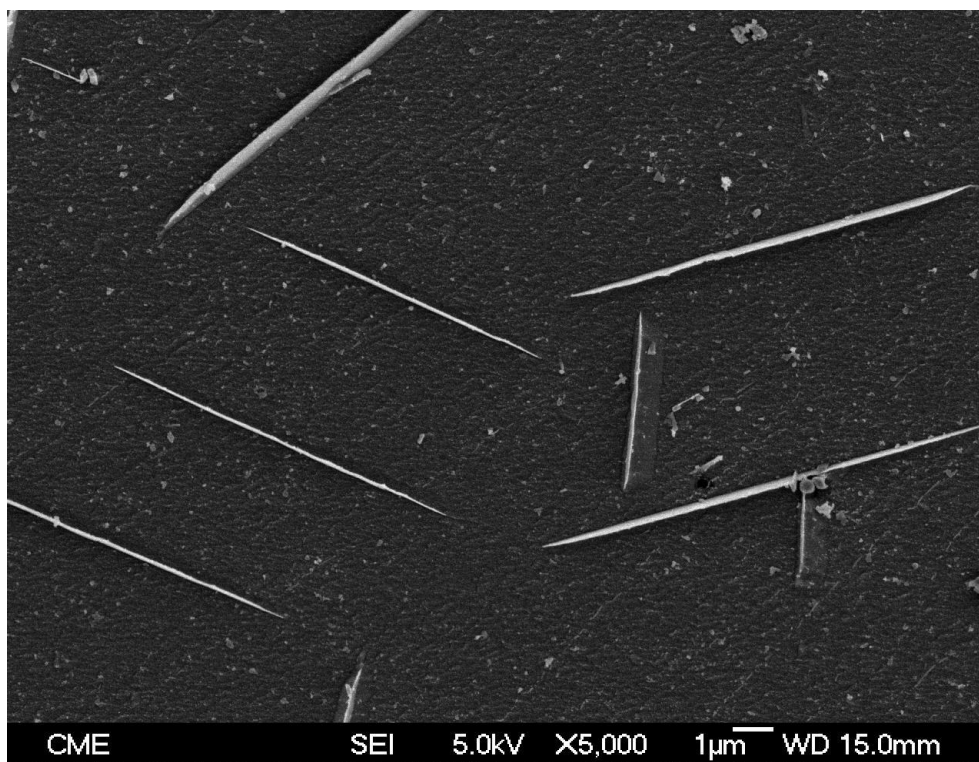
**Figura 64.** Imagen de MEB mostrando cristales de carburo de hierro homogéneamente repartidos y con gran similitud en tamaño y morfología, exceptuando algunas zonas en las que están en plena evolución a aumento y disminución.



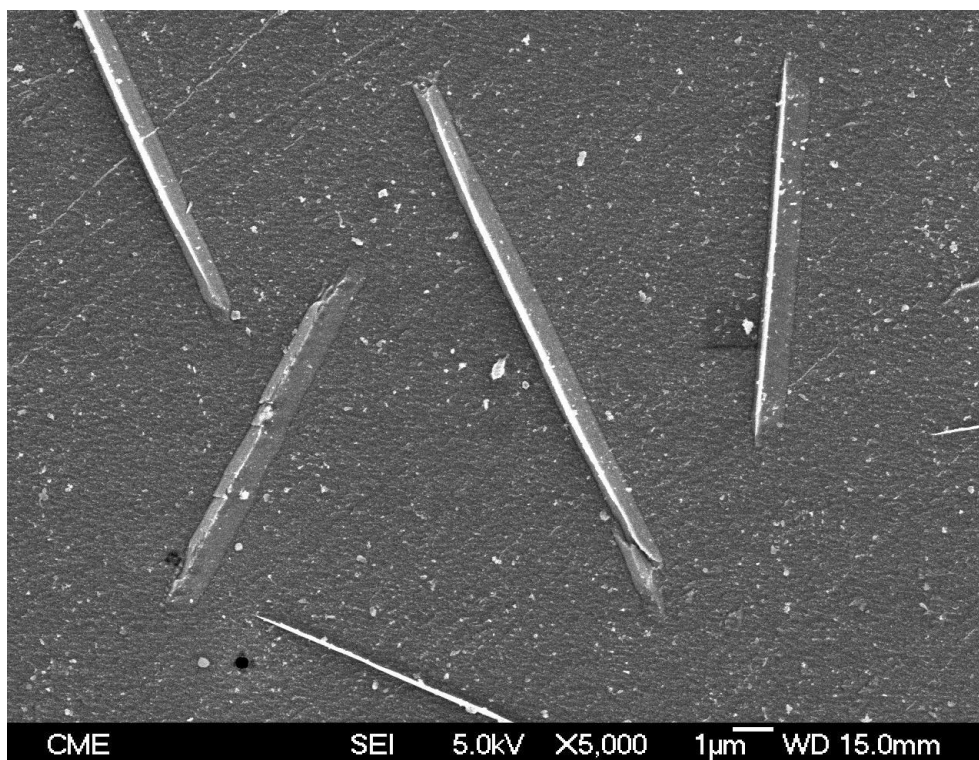


**Figura 65.** Imagen de MEB mostrando el límite de grano con cementita continua, no apreciándose en la zona adyacente un empobrecimiento en precipitados de carburo de hierro. Se llegan a observar algunos cristales de cementita atravesando el límite de grano, respetando las orientaciones de cada uno de ellos.

La tachuela fue una de las muestras que se observaron con Microscopía Electrónica de Barrido de Emisión de Campo. Con esta técnica la morfología de los cristales se aprecia con mayor detalle, mostrando los planos rectos de la estructura cristalina de los carburos de hierro precipitados en el interior de los granos ferríticos. Se trata de morfologías prismáticas alargadas (Figura 66). En la Figura 67 se muestran los cristales idiomórficos de cementita prismáticos emergiendo a la superficie de pulido y ataque químico. En la Figura 68 aparece en detalle un carburo de hierro y el delgado plano producido por el desbaste y pulido en un vértice del cristal prismático.

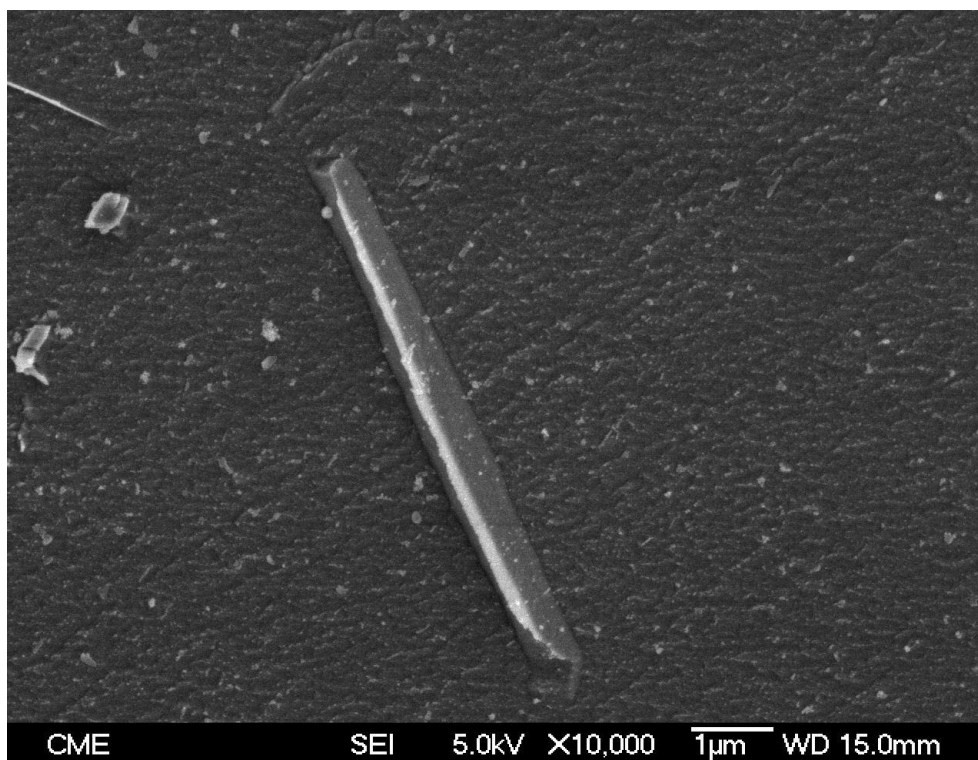


**Figura 66.** Imagen de SEM-FEG mostrando los planos rectos de la estructura cristalina de los carburos de hierro precipitados en el interior de los granos ferríticos. Se trata de morfologías prismáticas alargadas.



**Figura 67.** Imagen de SEM-FEG mostrando los cristales idiomórficos de cementita prismáticos emergiendo a la superficie de pulido y ataque químico.





**Figura 68.** Imagen de SEM-FEG mostrando el detalle de un carburo de hierro y el delgado plano producido por el desbaste y pulido en un vértice del cristal prismático.

#### 4.1.3.2. Hebilla de placas de defensa

La siguiente pieza de la necrópolis de Villanueva de Teba es la hebilla de placas de defensa (Figura 69). Su estado de conservación es bueno y muestra en superficie señales de su exposición al fuego crematorio, evidentes en las deformaciones en forma de glóbulos que se han creado en la capa de bronce que la recubre (Figura 70).

Mediante la primera aproximación con Microscopio Óptico las microestructuras objeto de estudio aparecen en la zona del núcleo de hierro. También se aprecia la capa que lo recubre de bronce-magnetita de manera nítida (Figura 71). Usando luz polarizada con filtro verde se resaltan los granos ferríticos que poseen morfologías irregulares debido a procesos de recristalización (Figura 72).

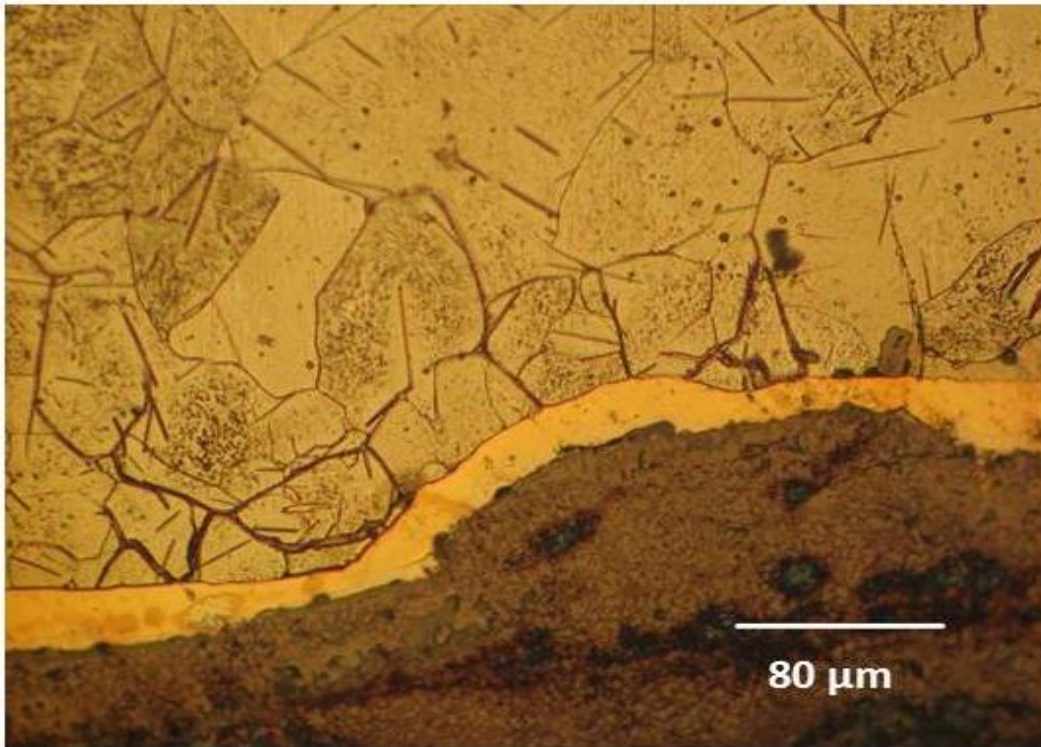


**Figura 69.** Hebilla de placas de defensa de la necrópolis de Villanueva de Teba (Burgos).

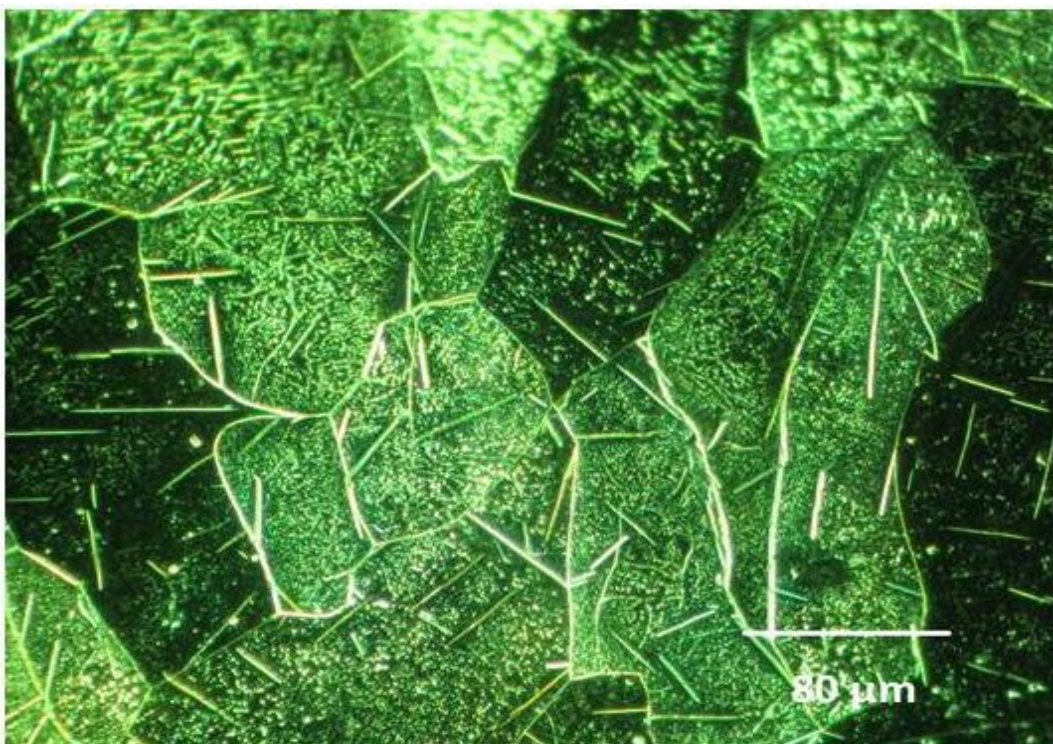


**Figura 70.** Hebilla de placas de defensa de la necrópolis de Villanueva de Teba (Burgos).





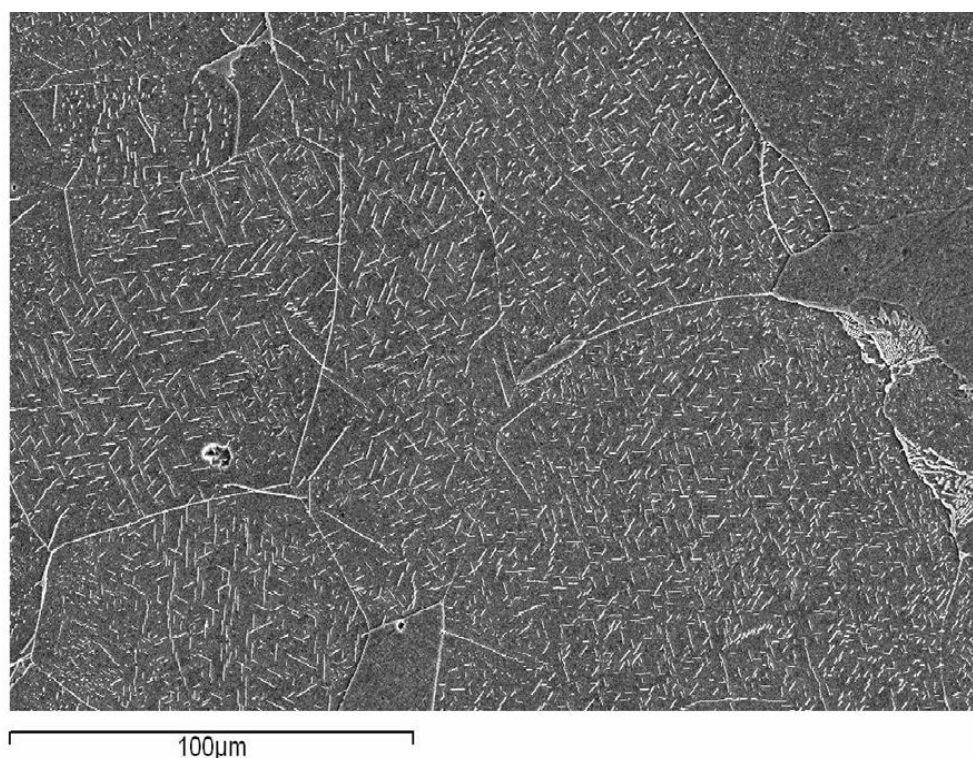
**Figura 71.** Imagen de Microscopía Óptica mostrando los granos ferríticos en el núcleo metálico y la capa de bronce-magnetita en la superficie.



**Figura 72.** Imagen de Microscopía Óptica usando luz polarizada con filtro verde en la cual resaltan los precipitados de carburo de hierro con sus morfologías aciculares en estructura Windmanstätten.

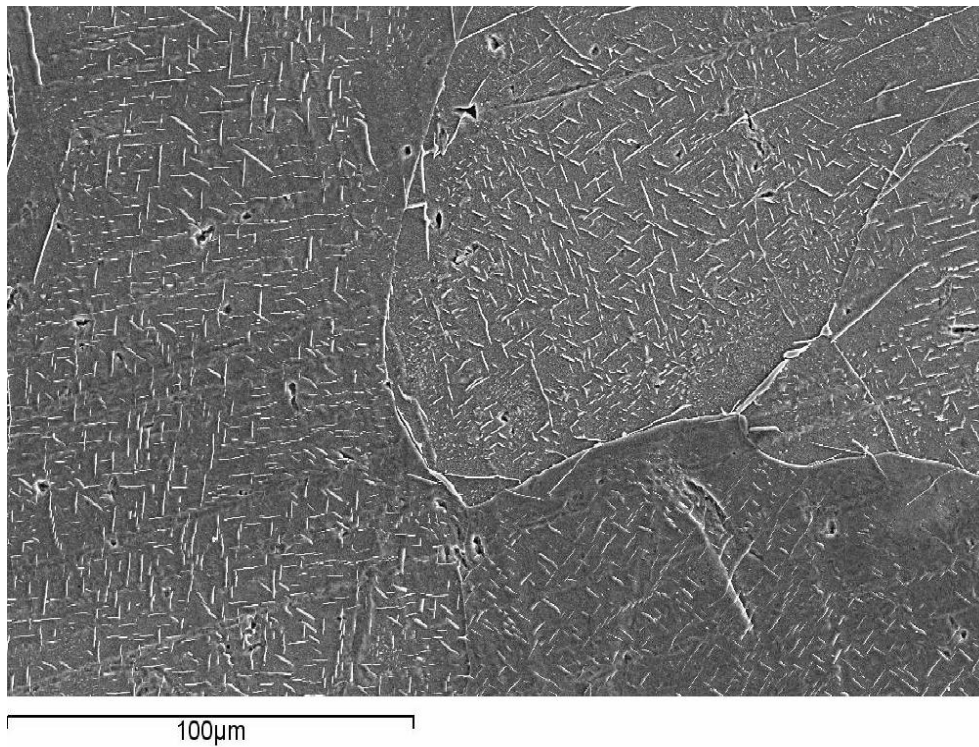


En Microscopía Electrónica de Barrido los carburos de hierro en la matriz ferrítica se observan perfectamente, siendo bastante homogéneos en tamaño y distribución (en torno a los 5 micrómetros), presentando de nuevo una precipitación masiva. La estructura Widmanstätten de los precipitados es evidente y se vuelve a evidenciar con nitidez que los granos ferríticos muestran formas irregulares debido a procesos de recristalización (Figura 73). Aunque en general presentan una gran homogeneidad aparecen algunos carburos con tamaños muy grandes que van a tender a ir creciendo en detrimento de los más pequeños debido a que las diferencias de energías libres favorecen el crecimiento de los de mayor tamaño (Porter y Easterling, 1981: 279-287; Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23) (Figura 74). La Figura 75 muestra en detalle esos grandes carburos de hierro, atravesando algunos los límites de grano ferrítico (Figura 76).

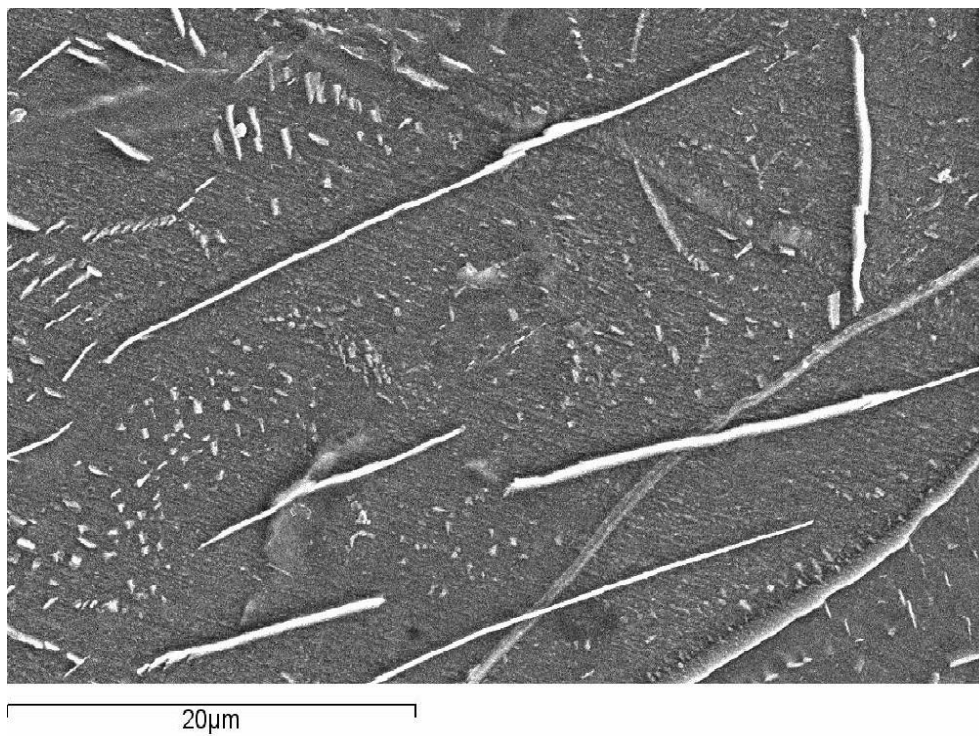


**Figura 73.** Imagen de MEB mostrando los carburos de hierro en la matriz ferrítica siendo bastante homogéneos en tamaño y distribución, presentando de nuevo una precipitación masiva. La estructura Widmanstätten de los precipitados es evidente y los granos ferríticos muestran formas irregulares debido a procesos de recristalización.



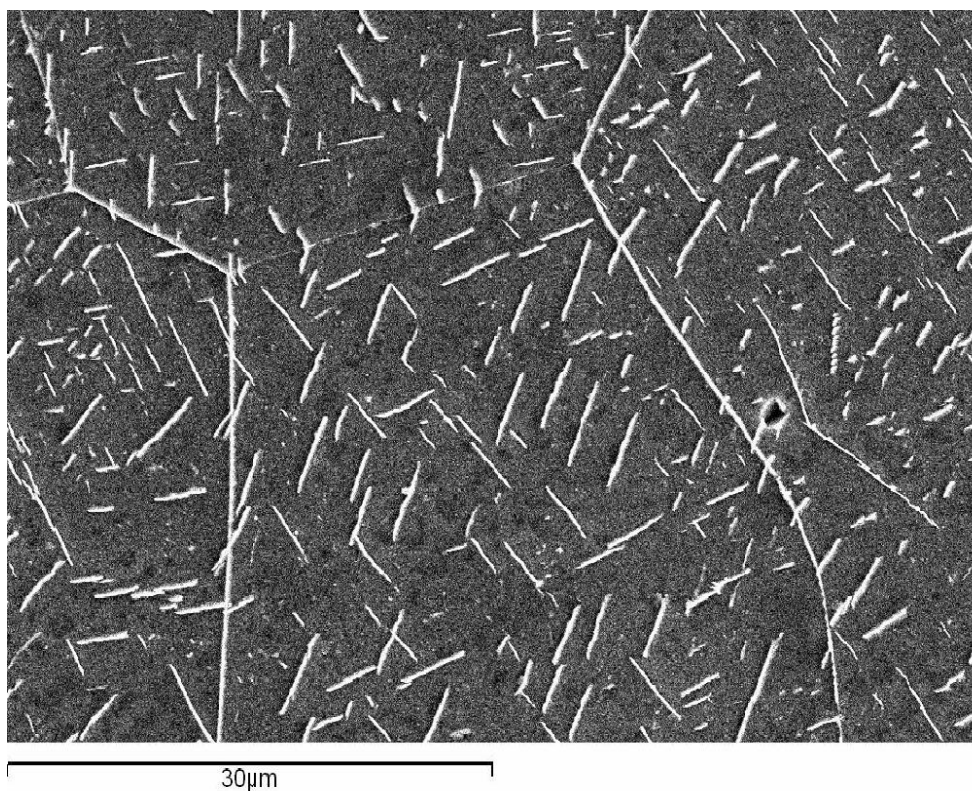


**Figura 74.** Imagen de MEB mostrando una gran homogeneidad en los precipitados de carburo de hierro aunque aparecen algunos con tamaños muy grandes que van a tender a ir creciendo en detrimento de los más pequeños.



**Figura 75.** Imagen de MEB mostrando en detalle esos grandes carburos de hierro.





**Figura 76.** Imagen de MEB mostrando la precipitación masiva de carburos de hierro y como algunos atraviesan el límite de grano ferrítico.

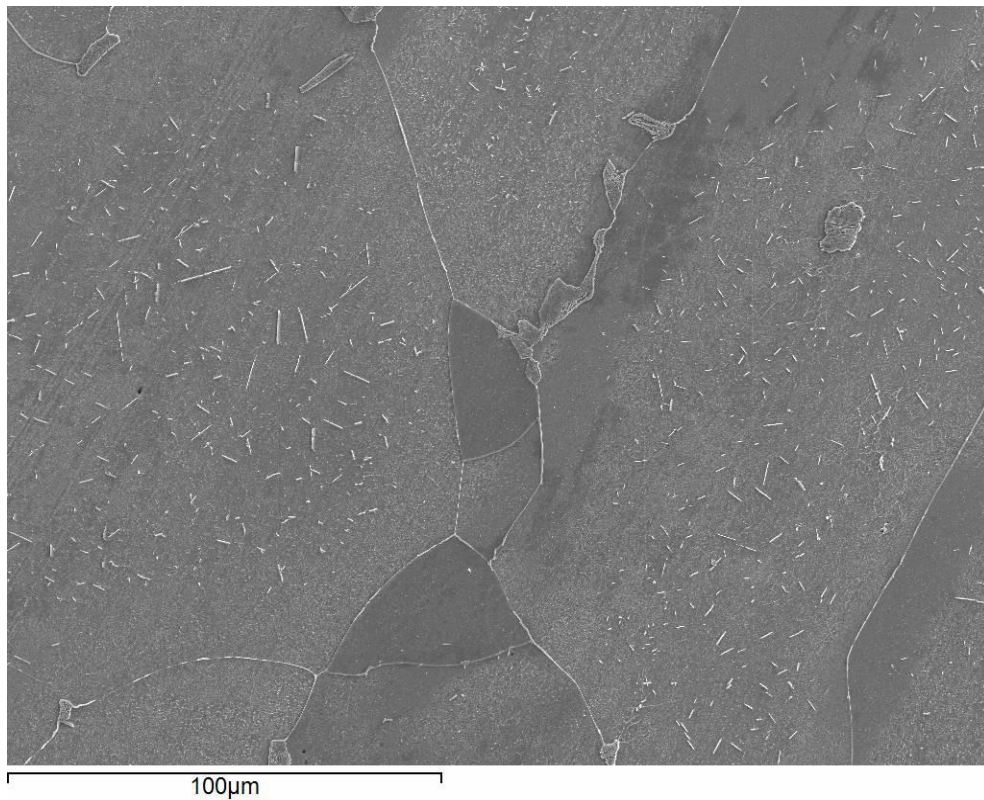
#### 4.1.3.3. Punta de lanza

Por último en este apartado se presenta la punta de lanza hallada también en la necrópolis de Villanueva de Teba (Figura 77). Como se observa en la Figura 78, mediante Microscopía Electrónica de Barrido, los precipitados de carburo de hierro aparecen en la matriz del grano ferrítico.

Los granos de ferrita aparecen bien delimitados con las agujas aciculares de cementita en su interior, distribuidas homogéneamente y orientados en estructura Widmanstätten (Figura 79). Existen diferencias de tamaño entre unos precipitados y otros debido a la tendencia de los grandes a crecer a costa de los más pequeños debido a que las diferencias de energías libres favorecen el crecimiento de los de mayor tamaño (Porter y Easterling, 1981: 279-287; Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23) (Figura 80).

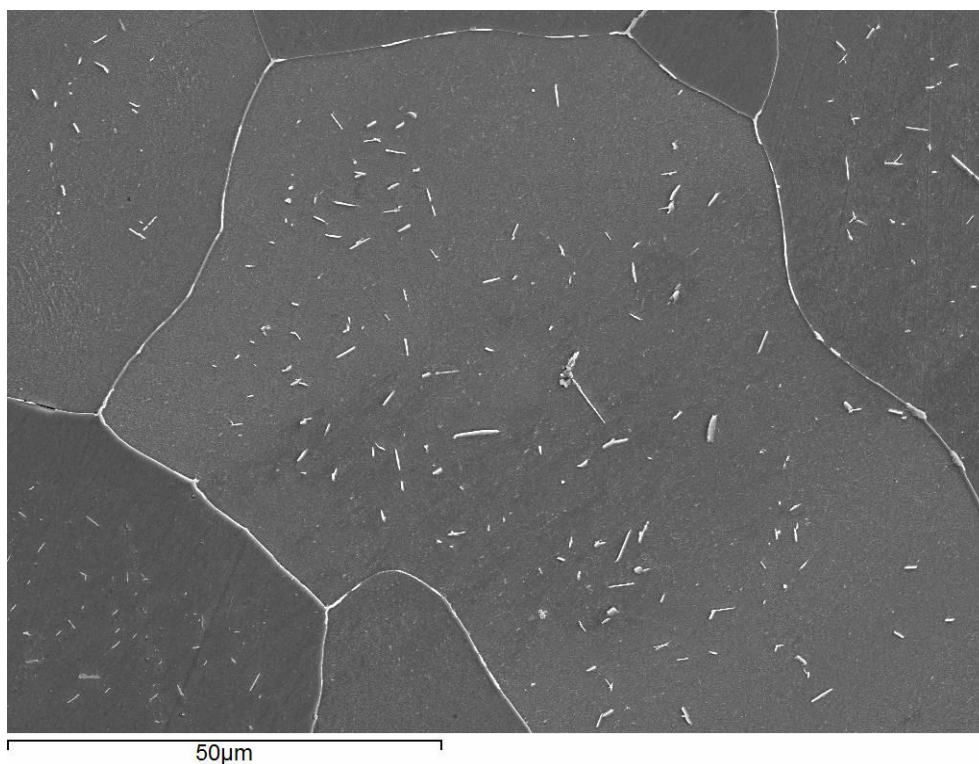


**Figura 77.** Probeta punta de lanza de la necrópolis de Villanueva de Teba (Burgos).

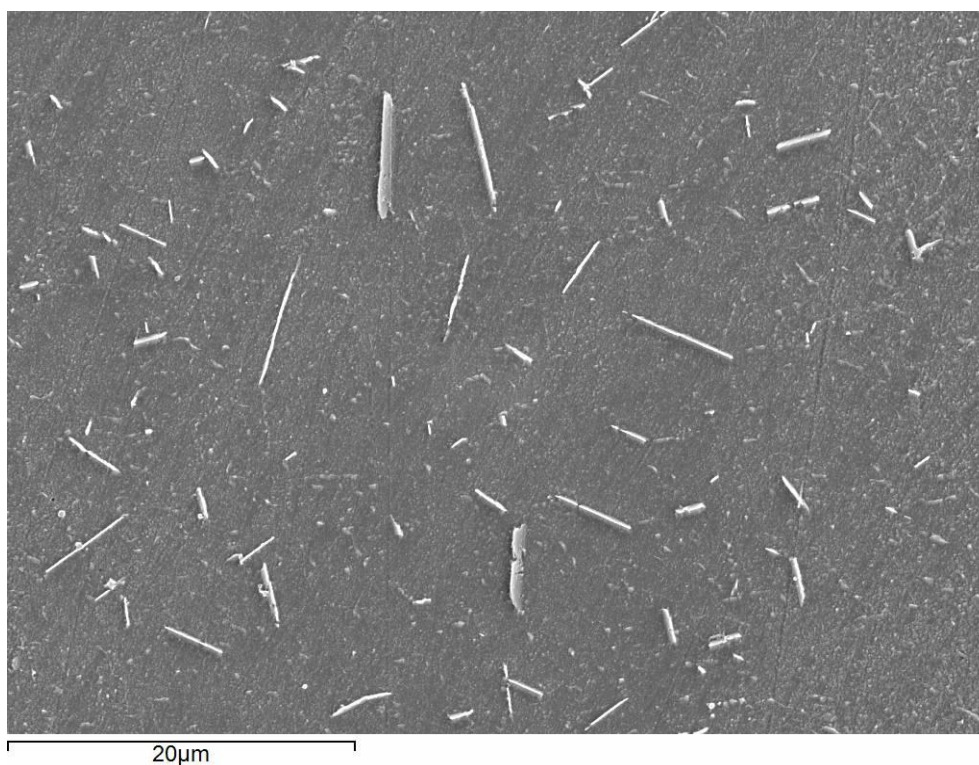


**Figura 78.** Imagen del MEB mostrando los precipitados de carburo de hierro en la matriz del grano ferrítico y en estructura Widmanstätten.





**Figura 79.** Imagen de MEB mostrando los granos de ferrita bien delimitados con las agujas aciculares de cementita en su interior, distribuidas homogéneamente.



**Figura 80.** Imagen de MEB mostrando diferencias de tamaño entre unos precipitados y otros debido a la tendencia de los grandes a crecer a costa de los más pequeños.

#### 4.1.4. Pomo tipo Monte Bernorio (Necrópolis de La Hoya, Laguardia, Álava) (Museo Armería de Vitoria-Gasteiz)

Esta pieza fue cedida para su estudio por el Museo Armería de Vitoria-Gasteiz. Se trata de un pomo tipo Monte Bernorio. Se conserva sólo la mitad anterior de una de las valvas que constituyen el pomo (Figura 81). Está decorada con hilos de plata embutidos con la técnica del damasquinado, presentando un substrato de bronce y una capa de magnetita que lo recubre.



**Figura 81.** Pomo tipo Monte Bernorio (Necrópolis de La Hoya, Laguardia, Álava) (Fuente: Museo Armería de Vitoria-Gasteiz).

En la Figura 82 se muestra una micrografía, realizada en el Museo mediante Microscopía Óptica, en la cual se muestra el substrato de bronce con la capa de magnetita que lo recubre. En la parte superior izquierda resalta la sección con uno de los hilos de plata que fundieron. En esta imagen también se pueden observar que los granos ferríticos con los precipitados de carburo de hierro, están presentes en el núcleo metálico del acero.

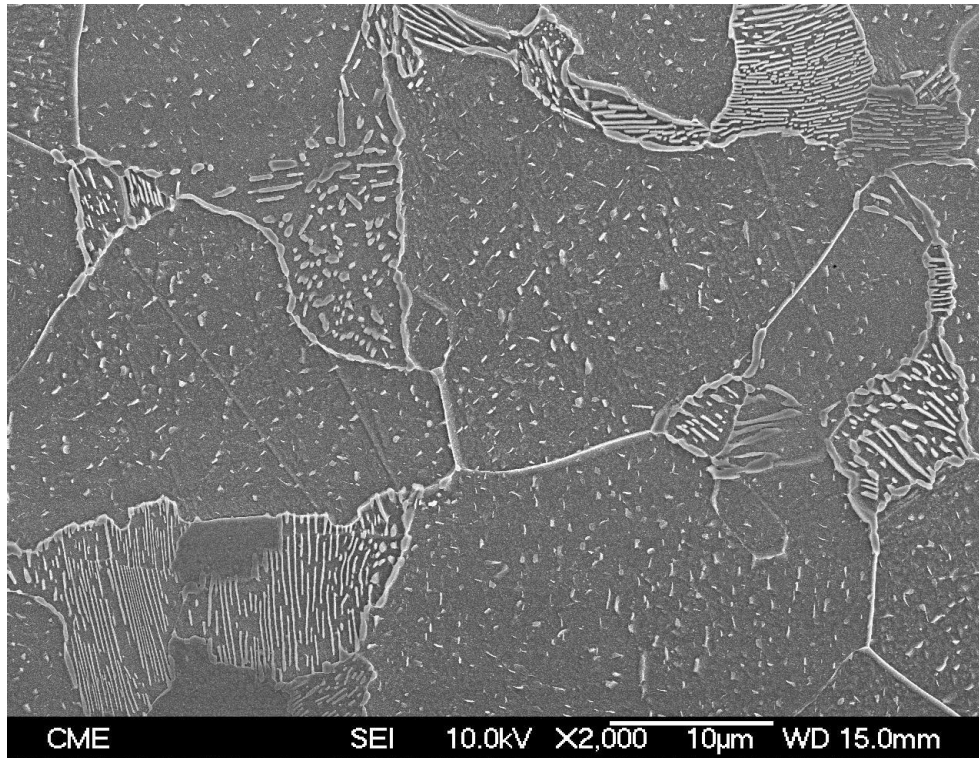




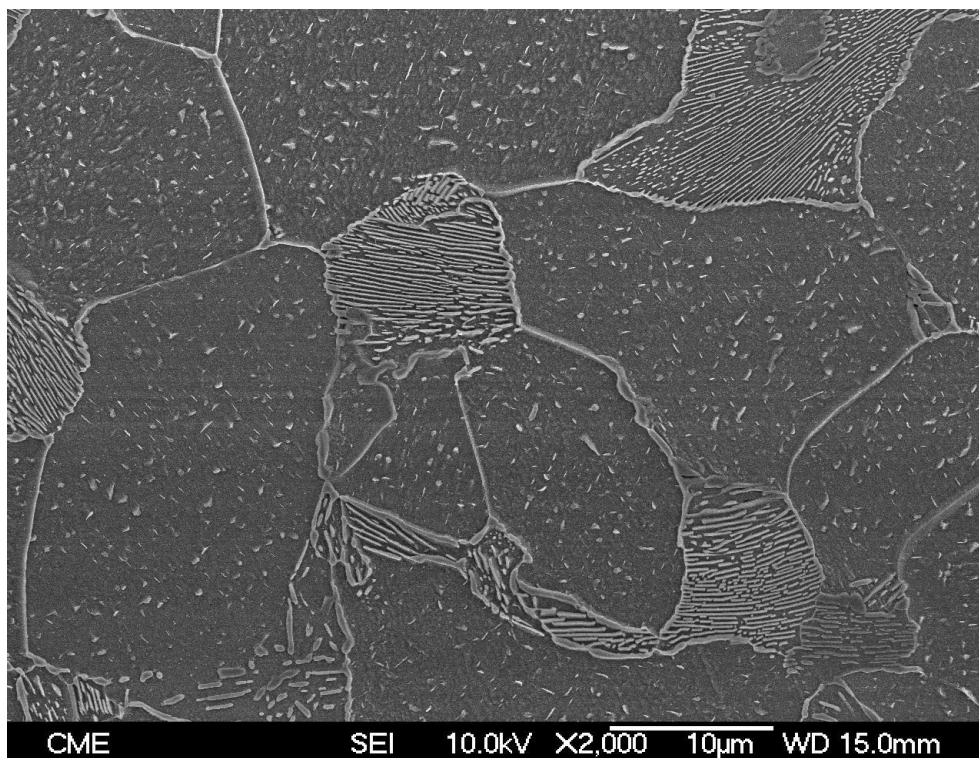
**Figura 82.** Imagen de Microscopía Óptica mostrando el sustrato de bronce con la capa de magnetita que lo recubre. En la parte superior izquierda resalta la sección con uno de los hilos de plata que fundieron. Se observa como los granos de ferrita con los precipitados de carburo de hierro están presentes en el núcleo metálico de la pieza (Fuente: Museo Armería de Vitoria-Gasteiz).

Mediante Microscopía Electrónica de Barrido se observa la presencia de precipitados de carburo de hierro junto a colonias perlíticas (Figura 83). Este hecho se debe a que en este caso la temperatura de la cremación ha estado en el campo monofásico austenítico durante un tiempo inferior a los 400 segundos por encima de los 900° C (Calvo *et al.*, 1981: 1-61), ya que las primitivas colonias perlíticas siguen apareciendo en sus posiciones primitivas, pero se ha dado el tiempo suficiente para que parte del carbono de estas colonias difunda por el grano ferrítico. Con el posterior subenfriamiento brusco, con un gradiente térmico por encima de los 200° C al minuto (Liu *et al.*, 1984: 261-264), hace que precipiten los carburos de hierro en forma de agujas en la matriz de los granos ferríticos (Figura 84).



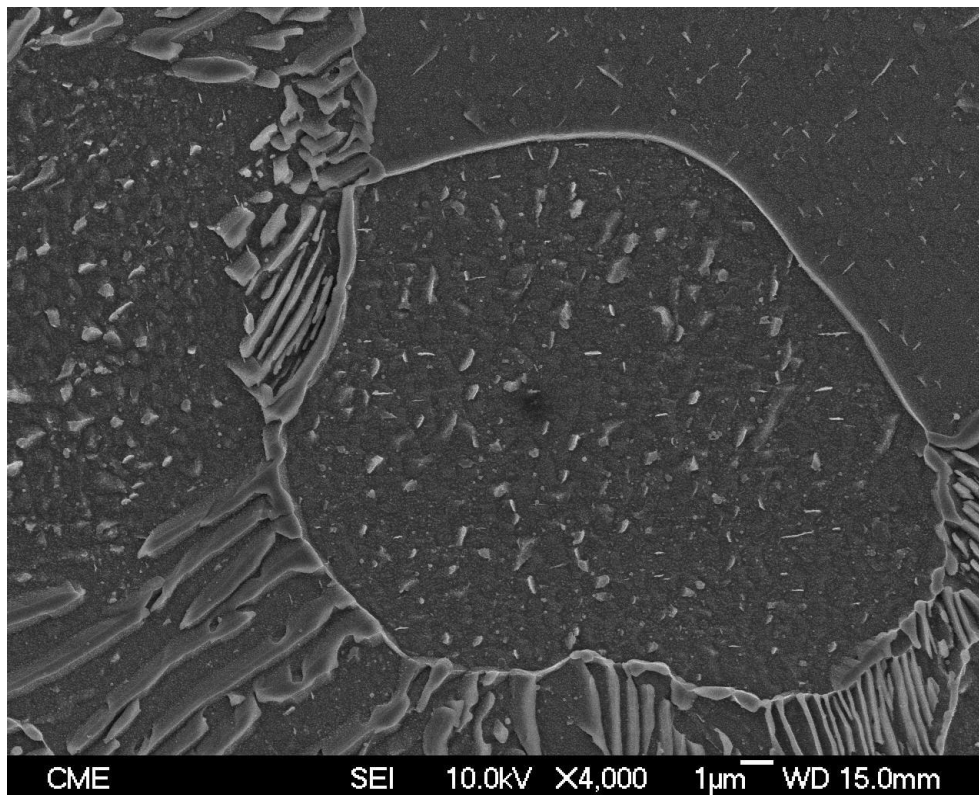


**Figura 83.** Imagen de MEB mostrando la presencia de precipitados de carburo de hierro junto a colonias perlíticas.



**Figura 84.** Imagen de MEB mostrando la presencia de precipitados de carburo de hierro junto a colonias perlíticas.

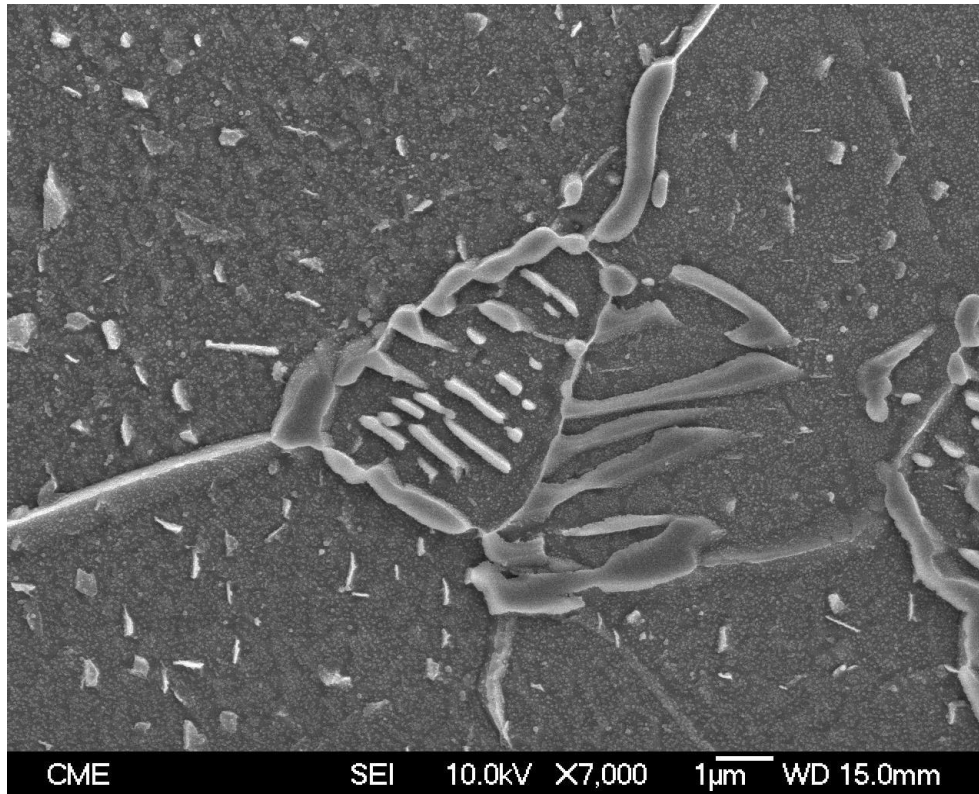
Debido a este hecho los precipitados de carburo de hierro siguen mostrando su morfología acicular en estructura Windmanstätten pero, pese a tener tamaños homogéneos, no superan el micrómetro ya que el resto del carbono que se tendría que haber segregado está presente en las colonias de perlita. Estos fenómenos se pueden observar en detalle en la Figura 85.



**Figura 85.** Imagen de MEB de detalle de un grano ferrítico con precipitación de carburos de hierro en su matriz junto a la presencia de colonias perlíticas.

En la Figura 86 se muestra con detalle, mediante Microscopía Electrónica de Barrido, una colonia perlítica en la unión de tres granos ferríticos, formada por capas alternativas de ferrita y cementita, y los precipitados de carburo de hierro en la matriz ferrítica con la presencia de cementita continua en los límites de los grano. Pese a su pequeño tamaño muestran una clara orientación en estructura Widmanstätten.





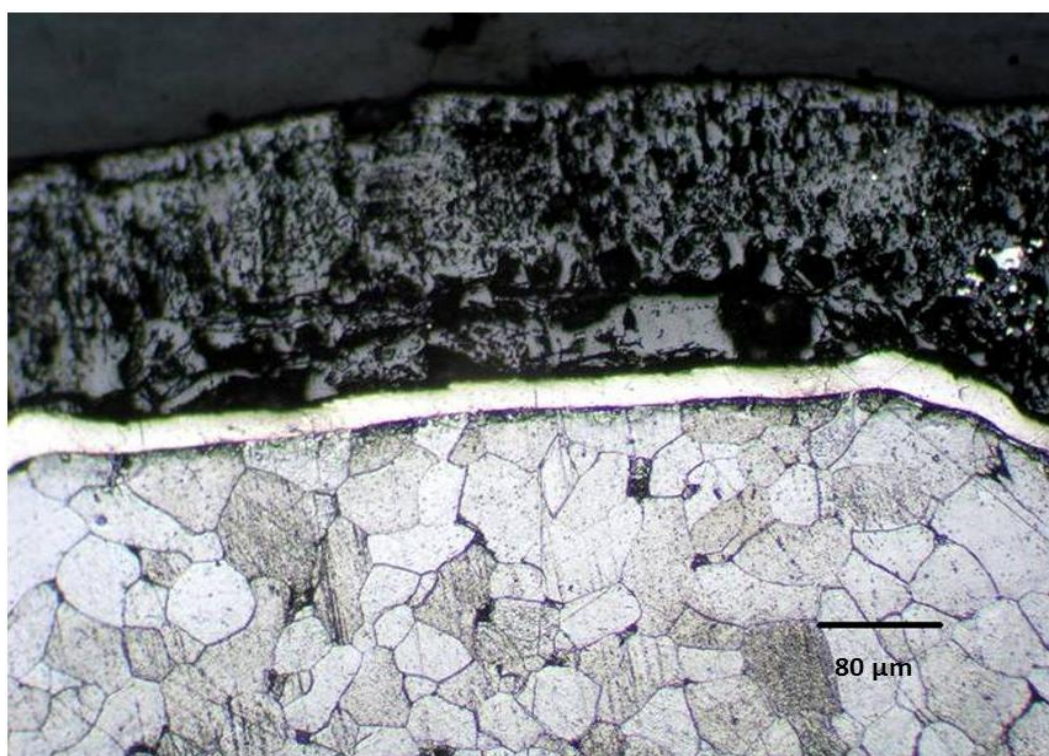
**Figura 86.** Imagen de MEB mostrando en detalle una colonia perlítica en la unión de tres granos ferríticos, formada por capas alternativas de ferrita y cementita, y los precipitados de carburo de hierro en la matriz ferrítica y en los límites de los grano.

#### 4.1.5. Vaina B 22 tipo Miraveche-Monte Bernorio (Museo Armería de Vitoria-Gasteiz)

Esta pieza forma parte de la colección "Félix Alfaro" y se desconoce su lugar de procedencia. Se trata de una vaina de tipología Miraveche-Monte Bernorio que se conserva parcialmente (Figura 87). Presenta la decoración bastante alterada. La técnica utilizada fue la del damasquinado con hilos de plata. En Microscopía Óptica, realizada en el Museo, se observa sobre el núcleo de hierro un substrato de bronce bajo la magnetita que se realizó por tratamiento térmico en el taller. De esta forma, sobre una superficie negra, resaltarían mejor los dibujos de los hilos de plata del damasquinado (Alonso, 2009: 134-142). Posteriormente sufrió un ciclo térmico final severo, pues la plata aparece fundida. Además se puede observar claramente la presencia de los granos de ferrita en el interior del núcleo del acero (Figura 88).



**Figura 87.** Vaina B 22 tipo Miraveche-Monte Bernorio (Museo Armería de Vitoria-Gasteiz) (Fuente: Museo Armería de Vitoria-Gasteiz).

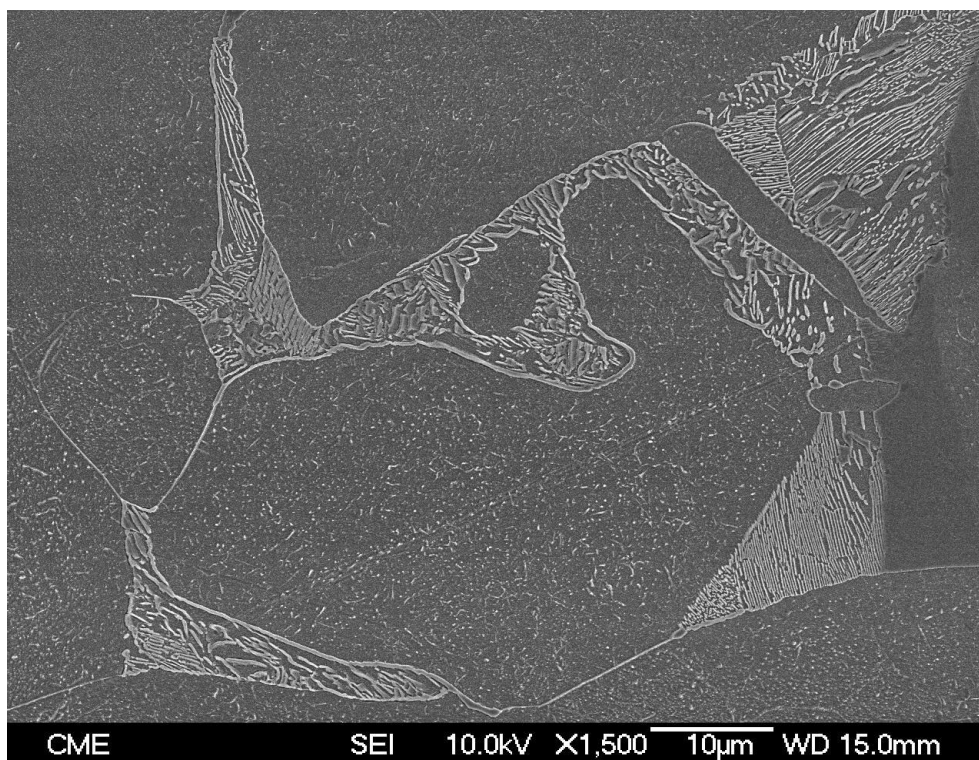


**Figura 88.** Imagen de Microscopía Óptica en la que se observa sobre el núcleo de hierro un substrato de bronce bajo la magnetita que se realizó por tratamiento térmico en el taller. En el núcleo metálico destacan los granos ferríticos.

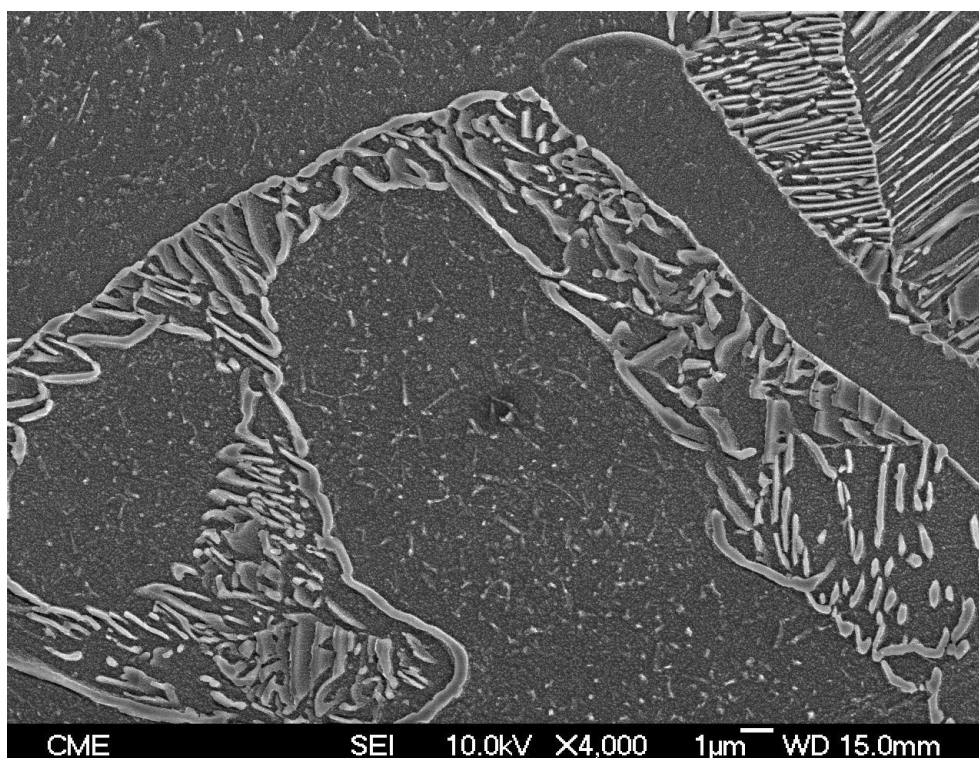
Mediante Microscopía Electrónica de Barrido en la Figura 89 se puede comprobar como la microestructura muestra la presencia de los precipitados de carburo de hierro en la matriz del grano ferrítico junto a colonias perlíticas. El ciclo térmico, como en el caso anterior del pomo Monte Bernorio, fue la estancia en el campo monofásico austenítico durante un tiempo corto (menos de 400 segundos) que permitió que parte del carbono de la colonia perlítica difundiera por toda la matriz ferrítica (Calvo *et al.*, 1981: 1-61). Con un posterior enfriamiento severo con un gradiente térmico por encima de los 200° C al minuto (Liu *et al.*, 1984: 261-264), la colonia perlítica aparece en su lugar de origen, mientras que parte del carbono que ha perdido en el calentamiento, aparece precipitado en la matriz ferrítica como carburos de hierro (Figura 89).

En la Figura 90 se muestra una micrografía como ejemplo de la presencia de los dos tipos de microestructura: los pequeños precipitados de carburo de hierro y la colonia perlítica. La Figura 91 muestra en detalle el pequeño tamaño (1  $\mu\text{m}$ ) y homogénea distribución de los carburos de hierro, los cuales pese a sus dimensiones, muestran su incipiente distribución en estructura Windmanstätten.



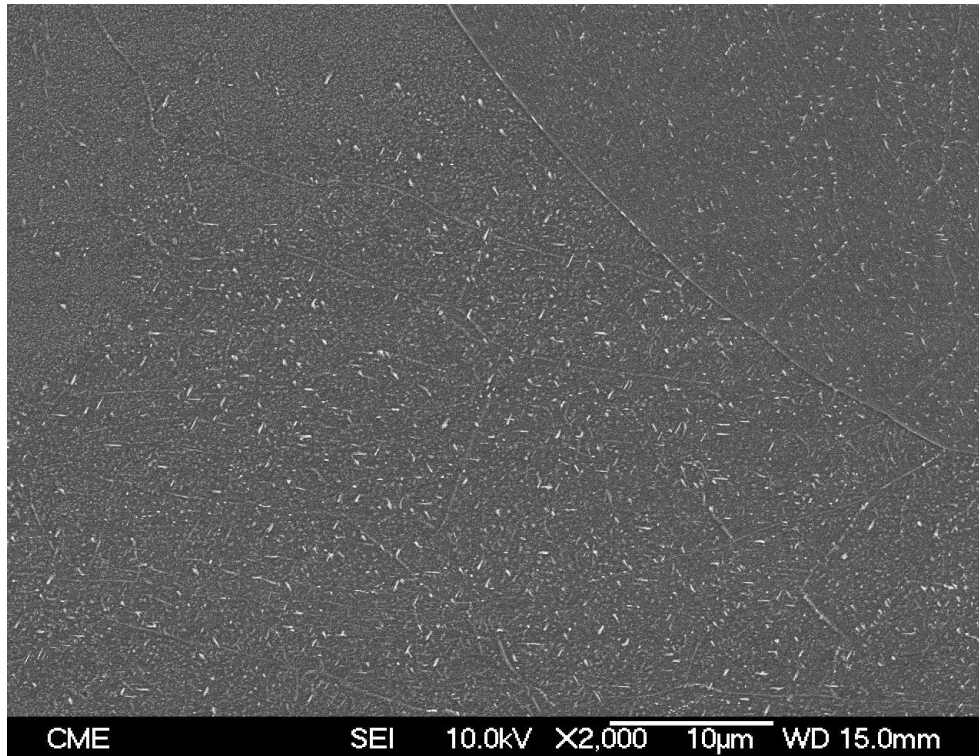


**Figura 89.** Imagen de MEB mostrando la presencia de los precipitados de carburo de hierro en la matriz del grano ferrítico junto a colonias perlíticas.



**Figura 90.** Imagen de MEB mostrando en detalle los pequeños precipitados de carburo de hierro y las colonias perlíticas.

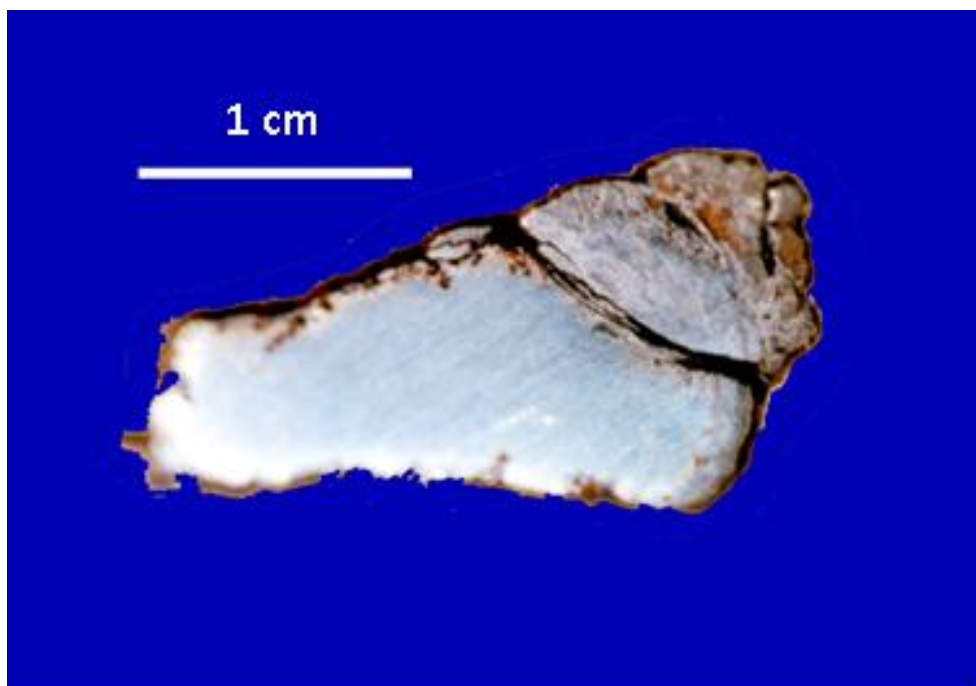




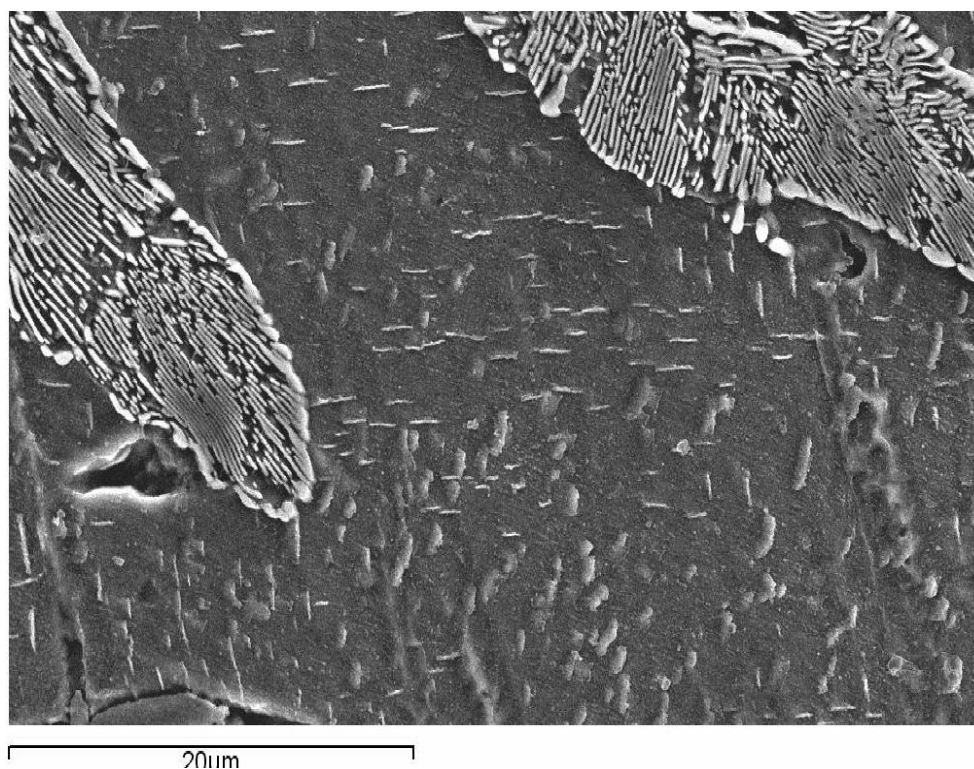
**Figura 91.** Imagen de MEB mostrando el pequeño tamaño ( $1\ \mu\text{m}$ ) y homogénea distribución de los carburos de hierro, los cuales pese a sus dimensiones, muestran su incipiente distribución en estructura Windmanstätten.

#### 4.1.6. Vástago curvo (Castrejón de Capote, Higuera la Real, Badajoz)

El proceso térmico sufrido por esta pieza en la formación de estas microestructuras, es el mismo que en el pomo tipo Monte Bernorio y la vaina tipo Miraveche-Monte Bernorio. Se trata de otra muestra en la que conviven colonias perlíticas con precipitados de carburos de hierro en el interior de la matriz ferrítica (Figura 93). En la Figura 94 se muestra con detalle una colonia perlítica en la parte central rodeada de precipitados de carburo de hierro orientados en estructura Windmanstätten, con unos tamaños y distribución muy homogéneos aunque, como en las muestras anteriores, de menor tamaño de lo normal.

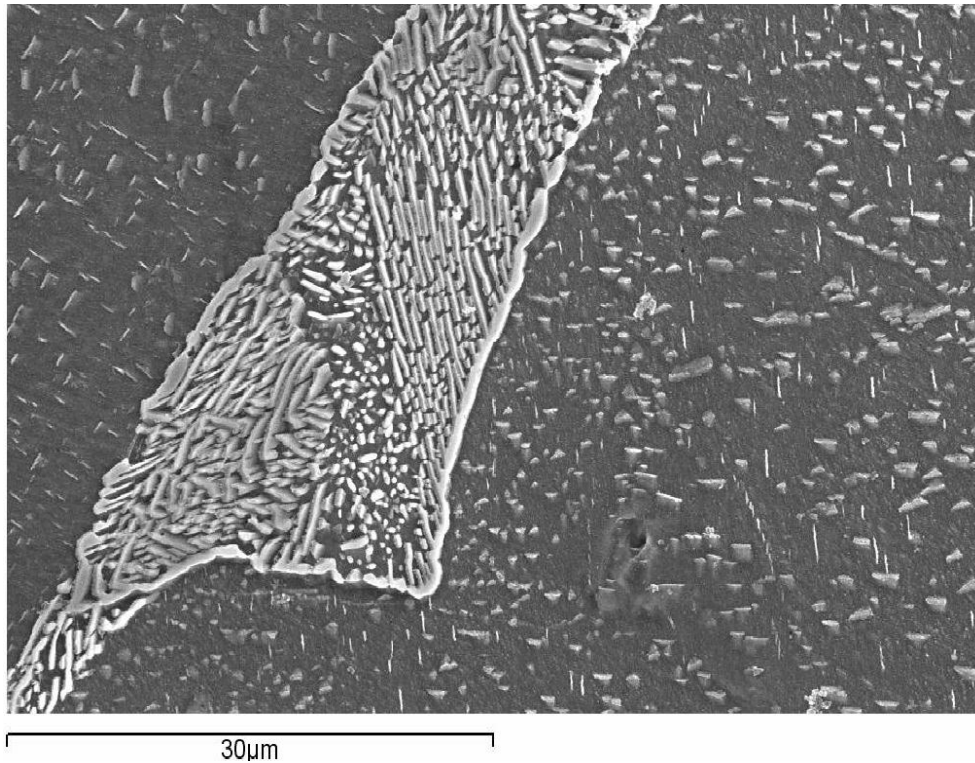


**Figura 92.** Vástago curvo (Castrejón de Capote, Higuera la Real, Badajoz) (Fuente: Bravo, 2005).



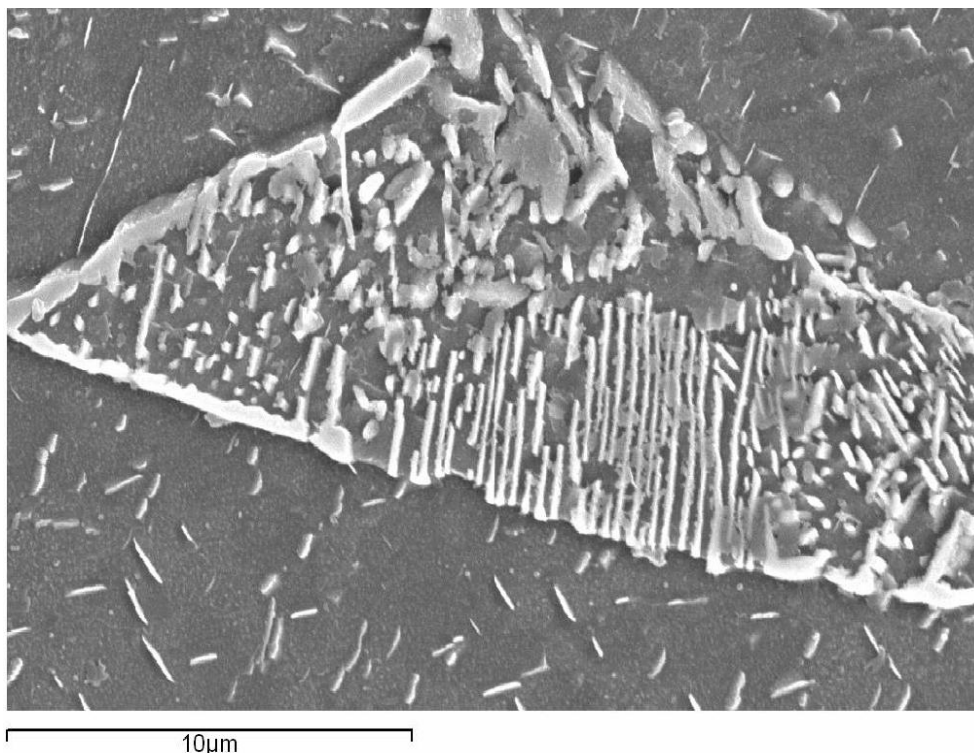
**Figura 93.** Imagen de MEB mostrando la convivencia de colonias perlíticas con precipitados de carburos de hierro en el interior de la matriz ferrítica.





**Figura 94.** Imagen de MEB mostrando en detalle una colonia perlítica en la parte central rodeada de precipitados de carburo de hierro orientados en estructura Windmanstätten, con unos tamaños y distribución muy homogéneos.

La Figura 95 muestra en detalle otra colonia perlítica rodeada de precipitados de carburos de hierro, cuyo tamaño homogéneo se encuentra entre 1 y 2 micrómetros. En este caso el carbono segregado por la colonia perlítica, durante la estancia en el campo monofásico de la austenita, es mayor. Esto se debe a factores de tiempo y temperatura, que en este caso pudieron ser más prolongado y más alta, respectivamente, pero siempre sin superar esa barrera de los 400 segundos (Calvo *et al.*, 1981: 1-61). También el contenido en carbono de la pieza pudo influir en esta mayor precipitación de los carburos de hierro, respecto al pomo y la vaina expuestos anteriormente.



**Figura 95.** Imagen de MEB mostrando otra colonia perlítica rodeada de precipitados de carburos de hierro, cuyo tamaño es homogéneo rondando entre 1 y 2 micrómetros.

## **4.2. Muestras arqueológicas de niveles de incendio**

### **4.2.1. Cota de malla (Museo Armería de Vitoria-Gasteiz)**

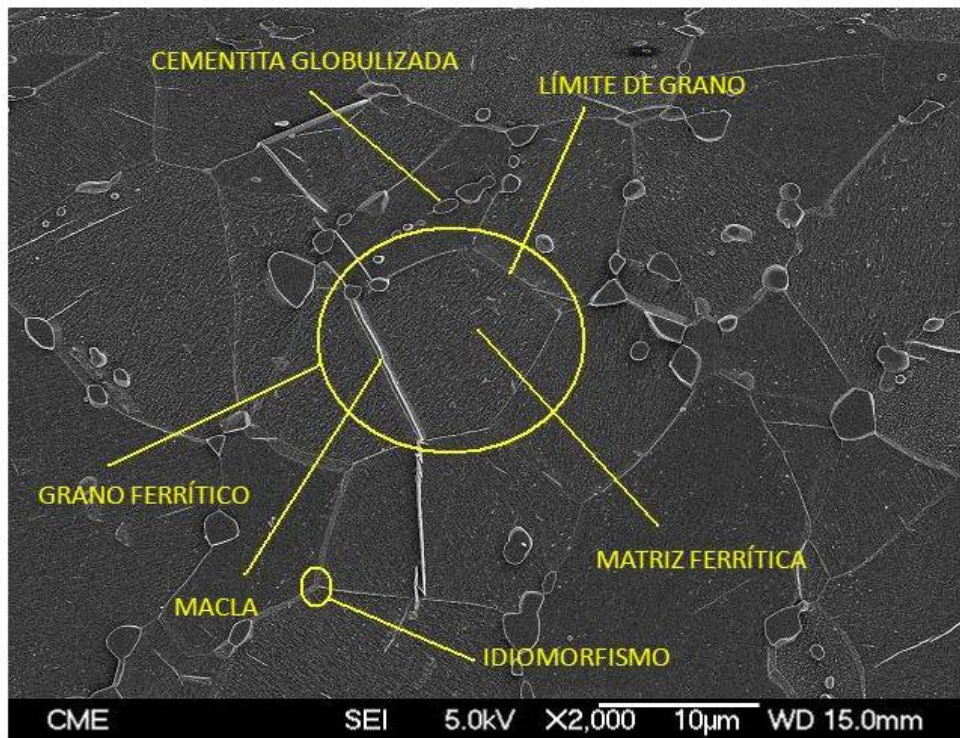
Esta pieza fue cedida para su estudio por el Museo Armería de Vitoria-Gasteiz y se tomó una muestra debido a que presentaba las microestructuras típicas de haber sufrido un ciclo térmico final, en este caso, característico de un incendio. La Figura 96 muestra una de las anillas de la cota de malla embutida y preparada para su observación metalográfica.



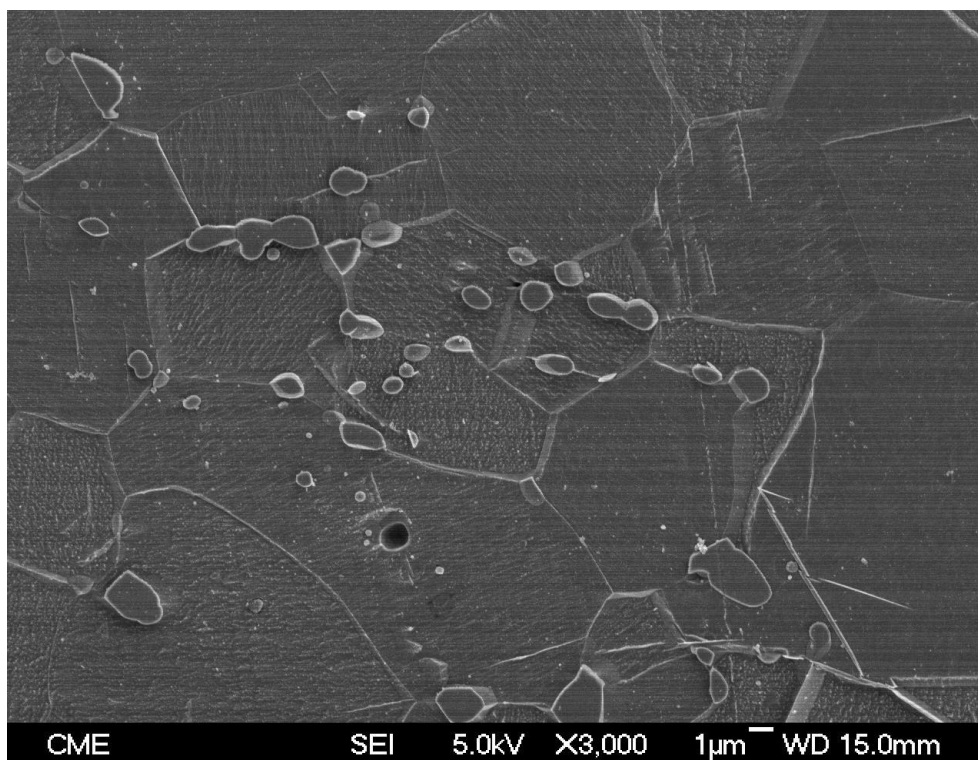


**Figura 96.** Probeta de la muestra de la cota de malla (Museo Armería de Vitoria-Gasteiz).

Esta muestra se observó metalográficamente mediante Microscopía Electrónica de Barrido de Emisión de Campo, para una obtener imágenes más nítidas de las microestructuras presentes en el núcleo metálico. En las Figuras 97 y 98 se observa una globulización de la cementita de la perlita bastante completa. Estos carburos esferoidizados aparecen preferentemente en el límite de los granos ferríticos, los cuales se unen de manera equiaxial, formando puntos triples de unión que alcanzan prácticamente los  $120^\circ$  del cristal metálico ideal. La Figura 99 muestra en detalle glóbulos de cementita seccionados por el pulido previo a la observación metalográfica.

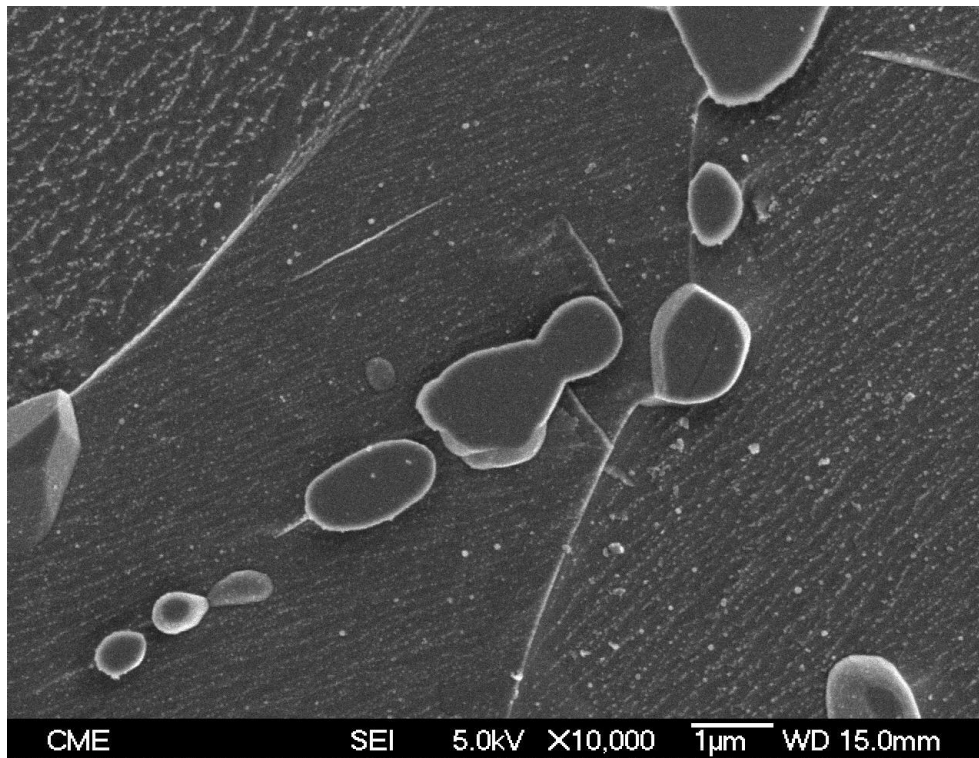


**Figura 97.** Imagen de SEM-FEG mostrando las distintas partes que conforman la microestructura que se produce en piezas de acero arqueológicas de niveles de incendio.



**Figura 98.** Imagen de SEM-FEG mostrando la globulización de la cementita. Estos carburos esferoidizados aparecen preferentemente en el límite de los granos ferríticos.



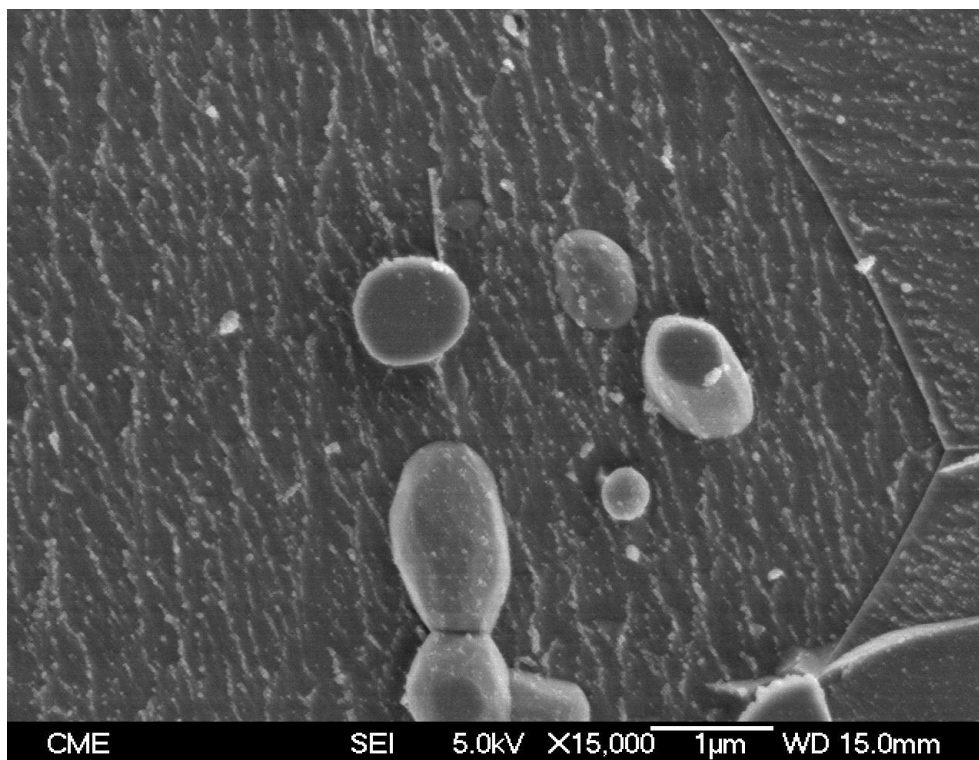


**Figura 99.** Imagen de SEM-FEG mostrando en detalle glóbulos de cementita seccionadas por el pulido previo a la observación metalográfica.

La globulización de la cementita durante el enfriamiento lento desde temperaturas superiores a la eutectoide, o a temperaturas cercanas o inferiores a la eutectoide, favorecen morfologías globulares por ser las que presentan menor energía superficial (Taylor, 1976: 489-539). En concreto la cementita glubulizada presenta morfologías cristalinas idiomórficas para la perlita ya que el crecimiento de un compuesto intermetálico como la cementita es de tipo planar, lo que inevitablemente nos lleva a morfologías poliédricas de alta esfericidad, como se muestra en detalle en la Figura 100 (Chadwick, 1972: 188-194). Las diferencias de tamaño de los glóbulos de perlita que se observan en todas las micrografías se debe a la competencia en el crecimiento de unos cristales frente a otros, donde los más grandes crecen a costa de los más pequeños debido a que las diferencias de energías libres favorecen el crecimiento de los de mayor tamaño (Porter y Easterling, 1981: 279-

287; Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23).

La aparición de los glóbulos de cementita en los límites de grano nos informa sobre un calentamiento que situó a la pieza en el campo bifásico de la ferrita-austenita a una temperatura por encima de los 720° C durante unos minutos y con un posterior enfriamiento lento o temperaturas cercanas a la línea eutectoide y tiempos prolongados, que hizo aparecer, en la primitiva posición de la colonia perlítica, la cementita globulizada (Calvo *et al.*, 1981: 1-61).



**Figura 100.** Imagen de SEM-FEG mostrando en detalle que perlita globulizada presenta morfologías cristalinas idiomórficas para la cementita ya que el crecimiento de un compuesto intermetálico como la cementita es de tipo planar, lo que inevitablemente nos lleva a morfologías poliédricas de alta esfericidad.

#### 4.2.2. Clavos de la Villa del Saucedo (Mérida)

La figura 101 muestra los clavos cedidos para su estudio de la Villa del Saucedo. Se tomaron muestras del C-013 (Figura 102) y del C-022 (Figura 103).



**Figura 101.** Clavos de la Villa del Saucedo (Talavera de la Reina, Toledo).





**Figura 102.** Clavo C-013.



**Figura 103.** Clavo C-022.

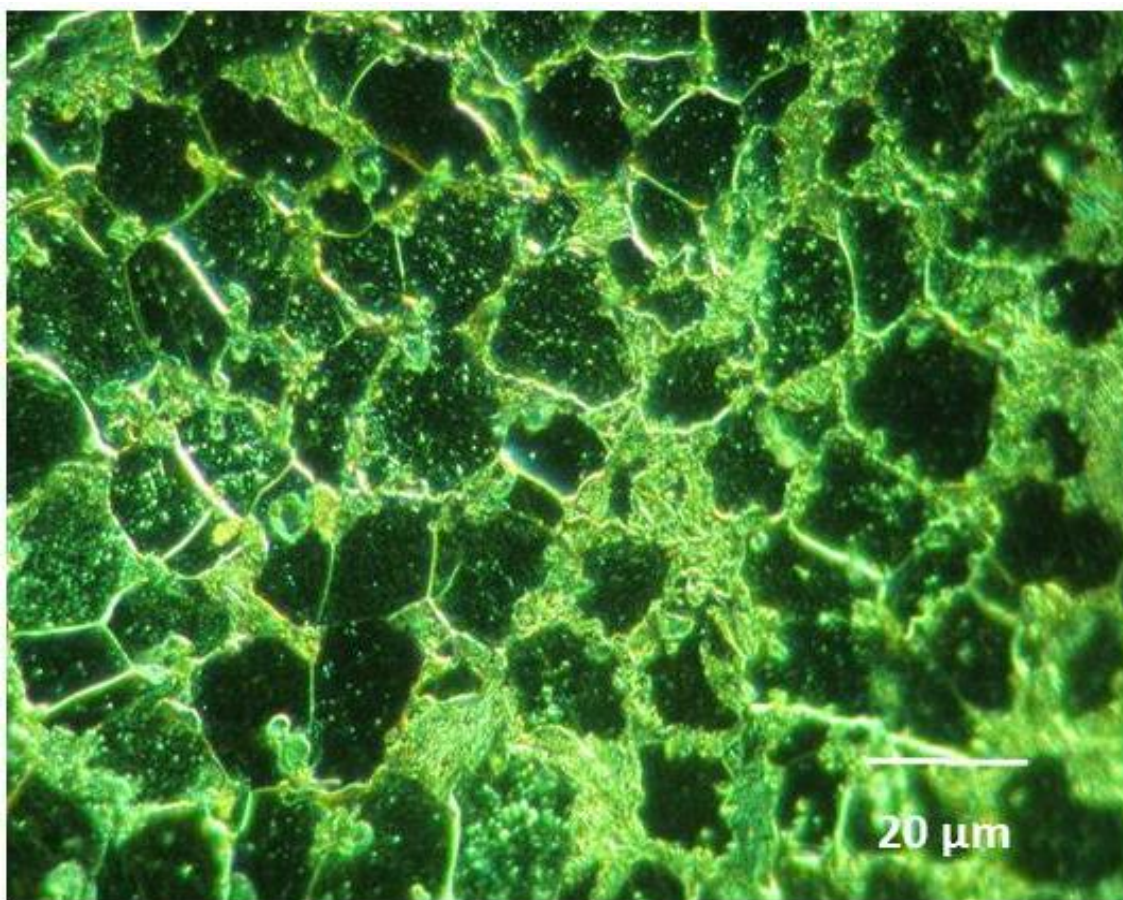
#### 4.2.2.1. Clavo C-013

En la Figura 104 se muestra una micrografía tomada mediante Microscopio Óptico utilizando luz polarizada con filtro verde del clavo C-013. Son evidentes ya en esta imagen los granos ferríticos del núcleo metálico con su morfología equiaxial.

Mediante Microscopía Electrónica de Barrido se puede observar los granos ferríticos con la cementita globulizada en la posición primitiva de las colonias perlíticas. De nuevo la temperatura se situó en los 720° C, manteniéndose en el campo bifásico ferrita-austenita durante unos minutos, o se estuvo en temperaturas cercanas a la línea eutectoide y tiempos prolongados, en los cuales la colonia perlítica transforma a austenita y la ferrita queda inalterada, de ahí la ausencia de precipitados en el interior de los granos ferríticos (Calvo *et al.*, 1981: 1-61) (Figura 105). A mayores aumentos se observan las dos fases de la globulización de la cementita, esto es, la de escalonamiento y la de la globulización y crecimiento (Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23) (Figura 106).

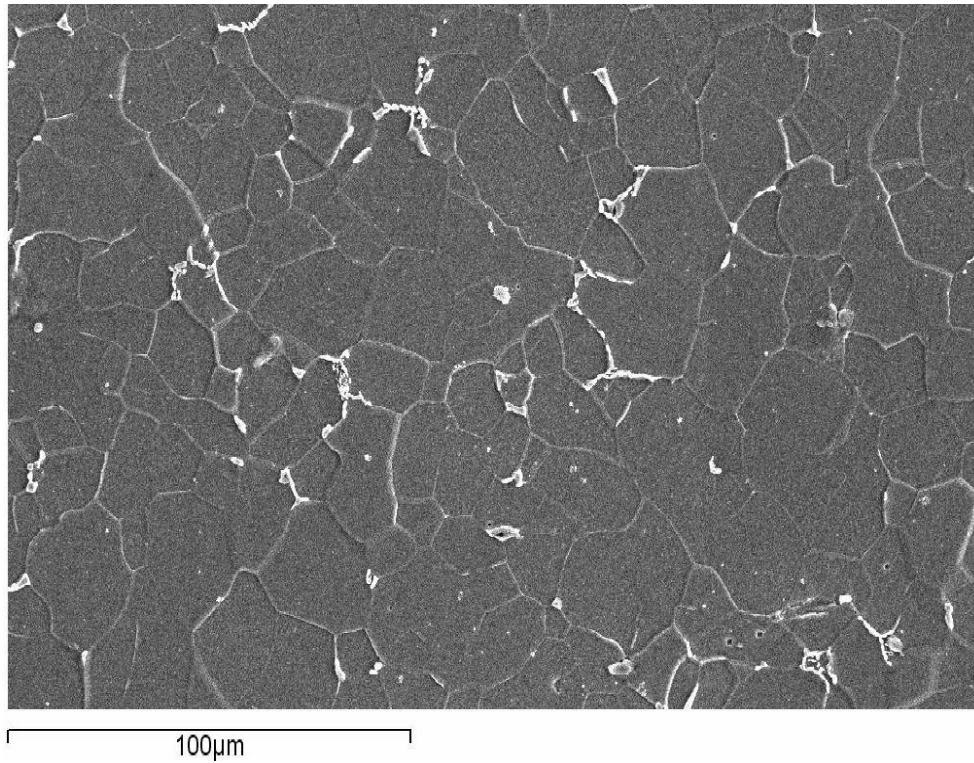
En estas dos etapas de globulización se producen preferentemente en los límites de grano. En la primera, las láminas prismáticas de la cementita se segmentan por aquellos puntos de su superficie donde la energía libre es mayor (defectos, dislocaciones, etc.) y puede favorecer la disolución de una zona del cristal, favorecido también por el aumento de la solubilidad del carbono en la ferrita en la temperatura eutectoide (de 0,008% de carbono en masa a temperatura ambiente a 0,032% de carbono en masa a 720° C) (Figura 107). En la segunda etapa se produce la esferoidización y crecimiento de los cristales segmentados de cementita, creciendo los más grandes en detrimento de los más pequeños debido a las diferencias entre energías libres (Porter y Easterling, 1981: 279-287;

Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23) (Figura 108).

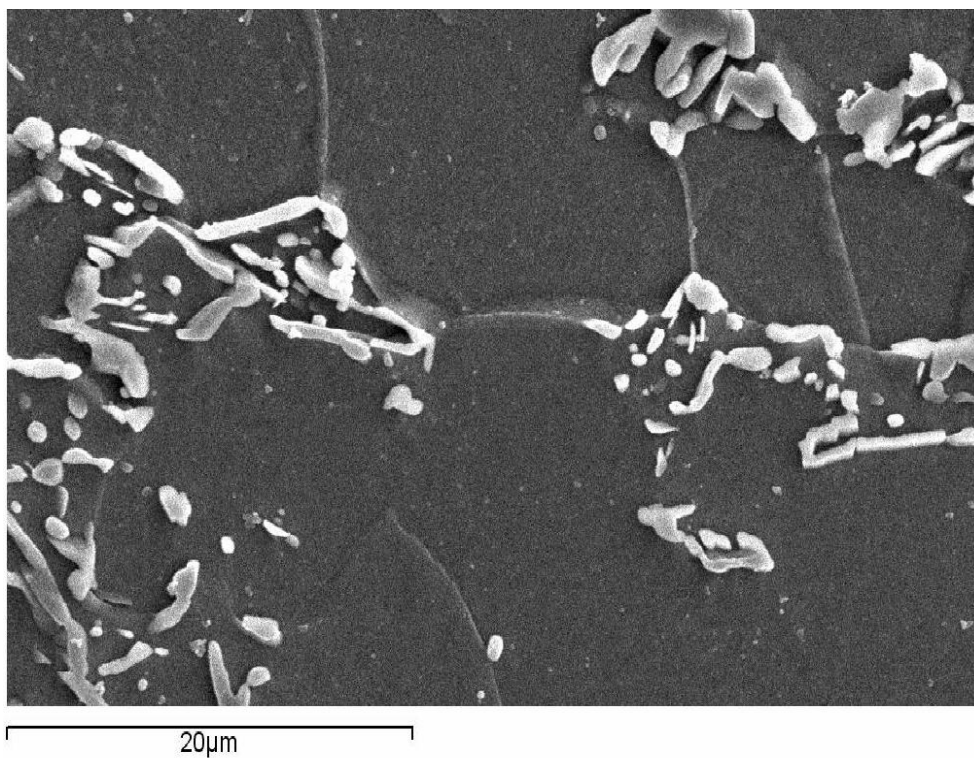


**Figura 104.** Imagen de Microscopía Óptica con campo oscuro y filtro verde en la cual se resaltan los granos ferríticos del núcleo metálico con su morfología equiaxial y las colonias perlíticas en un color verde más brillante.

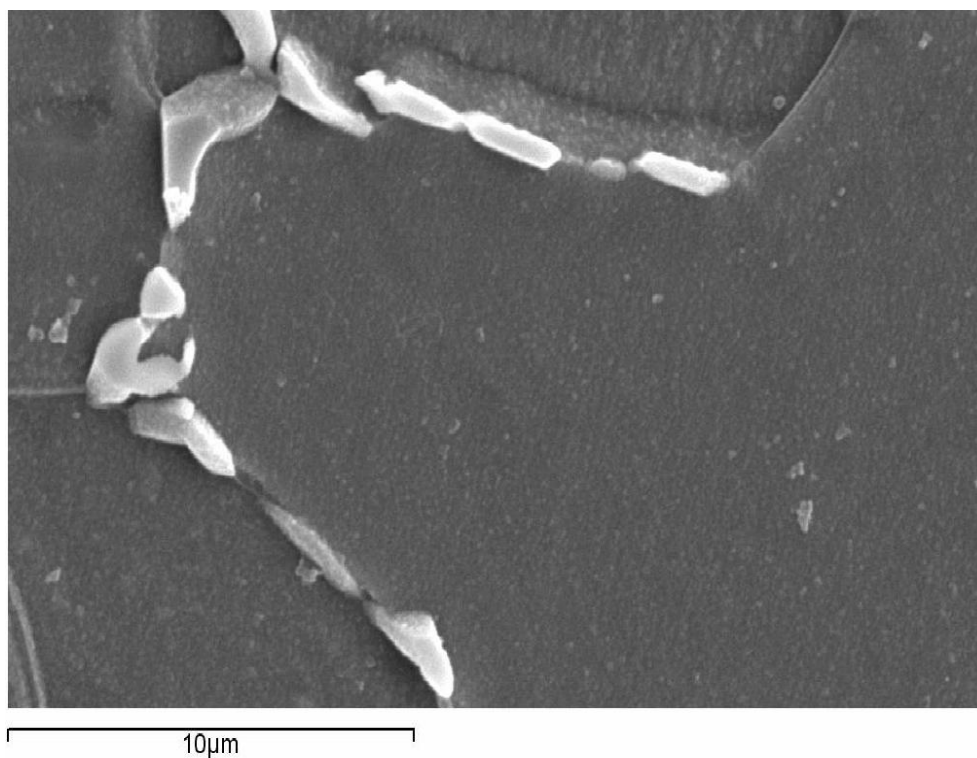




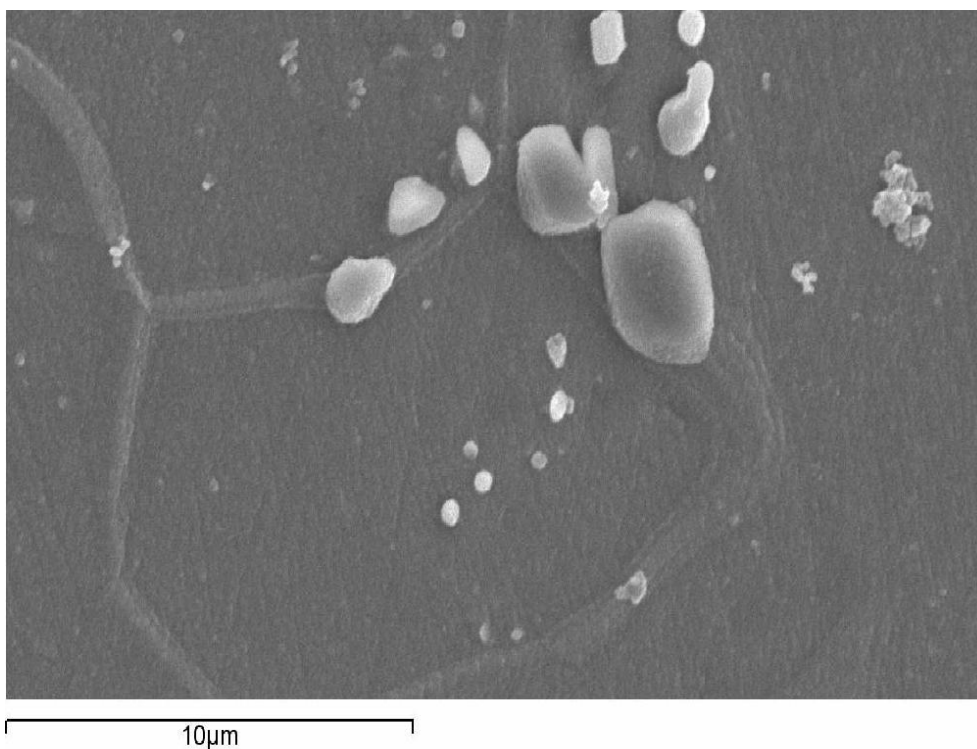
**Figura 105.** Imagen de MEB mostrando los granos ferríticos con las colonias de cementita globulizada, en la posición primitiva de las colonias perlíticas.



**Figura 106.** Imagen de MEB mostrando en detalle las dos fases de la globulización de la cementita, esto es, la de escalonamiento y la de la globulización y crecimiento.



**Figura 107.** Imagen de MEB mostrando el proceso de escalonamiento de la cementita y el comienzo de la fase de globulización a la izquierda. Estas fases son preferentes en los límites de grano.



**Figura 108.** Imagen de MEB mostrando en detalle la fase de globulización y crecimiento en el límite del grano ferrítico.

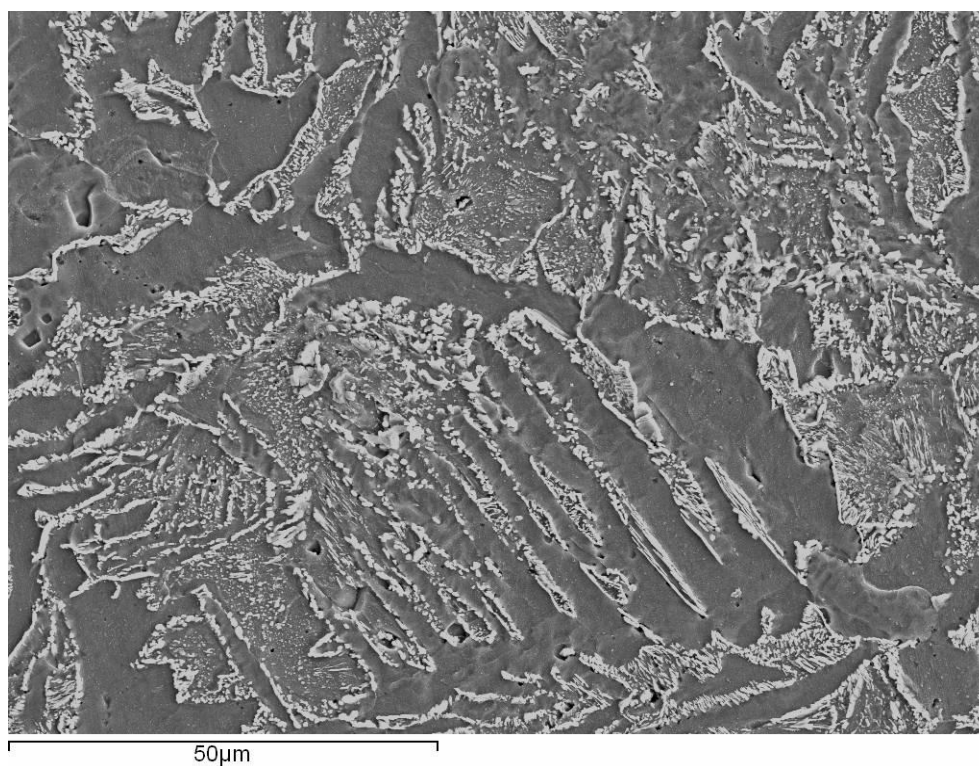


#### 4.2.2.2. Clavo C-022

El clavo C-022 muestra los mismos síntomas que el anterior. A través del Microscopio Óptico, utilizando el filtro verde, se evidencia la presencia de la cementita globulizada (Figura 109). Si observamos en el Microscopio Electrónico de Barrido la cementita globulizada aparece homogéneamente repartida por el grano ferrítico (Figura 110). En este caso la temperatura fue superior al campo bifásico ferrita-austenita colocándose en el monofásico de la austenita con una temperatura de 850° C mínima aproximadamente, lo que en apenas 400 segundos lleva a la homogeneización de todo el carbono en la matriz ferrítica (Calvo *et al.*, 1981: 1-61). Posteriormente, debido a un enfriamiento lento, las colonias perlíticas han desaparecido y aparece la cementita globulizada precipitada en toda la matriz. La coexistencia de las dos etapas de la globulización de la cementita también se da en esta muestra: fases de escalonamiento junto a fases de globulización y crecimiento de los glóbulos más grandes a costa de los más pequeños debido a las diferencias entre energías libres (Porter y Easterling, 1981: 279-287; Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23) (Figura 111).

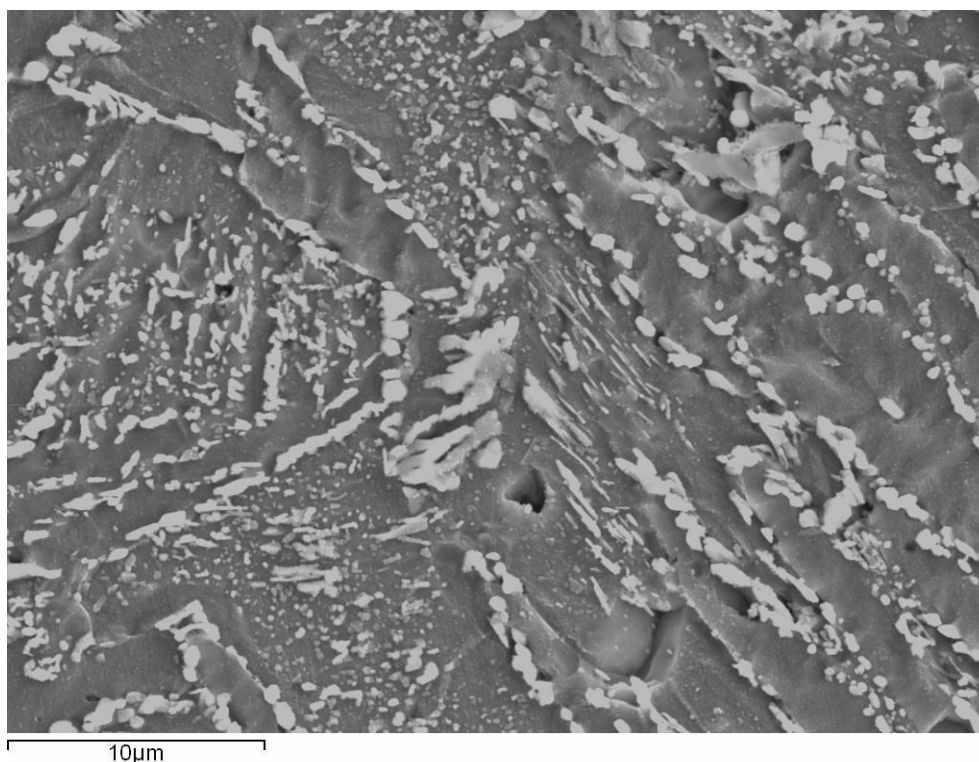


**Figura 109.** Imagen de Microscopía Óptica con campo claro y filtro verde donde ya se evidencian las dos fases de escalonamiento y globulización y crecimiento.



**Figura 110.** Imagen de MEB mostrando que la cementita globulizada aparece homogéneamente repartida por el grano ferrítico.





**Figura 111.** Imagen de MEB mostrando la coexistencia de las dos etapas de la globulización de la cementita: la de escalonamiento junto a la de globulización y crecimiento de los glóbulos más grandes a costa de los más pequeños.

#### 4.2.3. Fíbula, pinzas, tijeras, clavo, regatón y punta de lanza de Numancia (Soria)

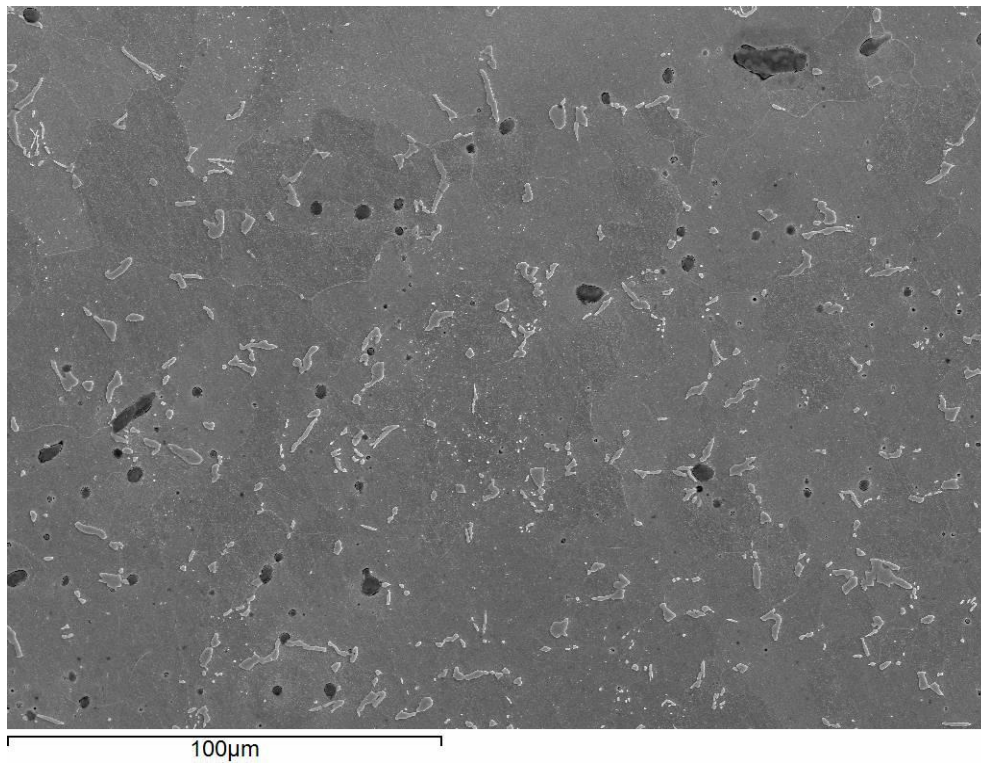
##### 4.2.3.1. Fíbula

En primer lugar la fíbula, proveniente de la Manzana XXIII de Numancia (Figura 112), mediante Microscopía Electrónica de Barrido (Figura 113) muestra que la globulización de la cementita se produce preferentemente en las primitivas colonias perlíticas, de lo que se deduce que la temperatura ha superado los 720° C de la eutectoide, pero que se ha mantenido en el campo bifásico ferrita-austenita, sin llegar al monofásico de la austenita, durante unos minutos, o se ha mantenido a temperaturas cercanas a la línea eutectoide y tiempos prolongados, transformándose la colonia perlítica en austenita y quedando la ferrita inalterada como se puede observar a mayores aumentos en la Figura 114 (Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23).

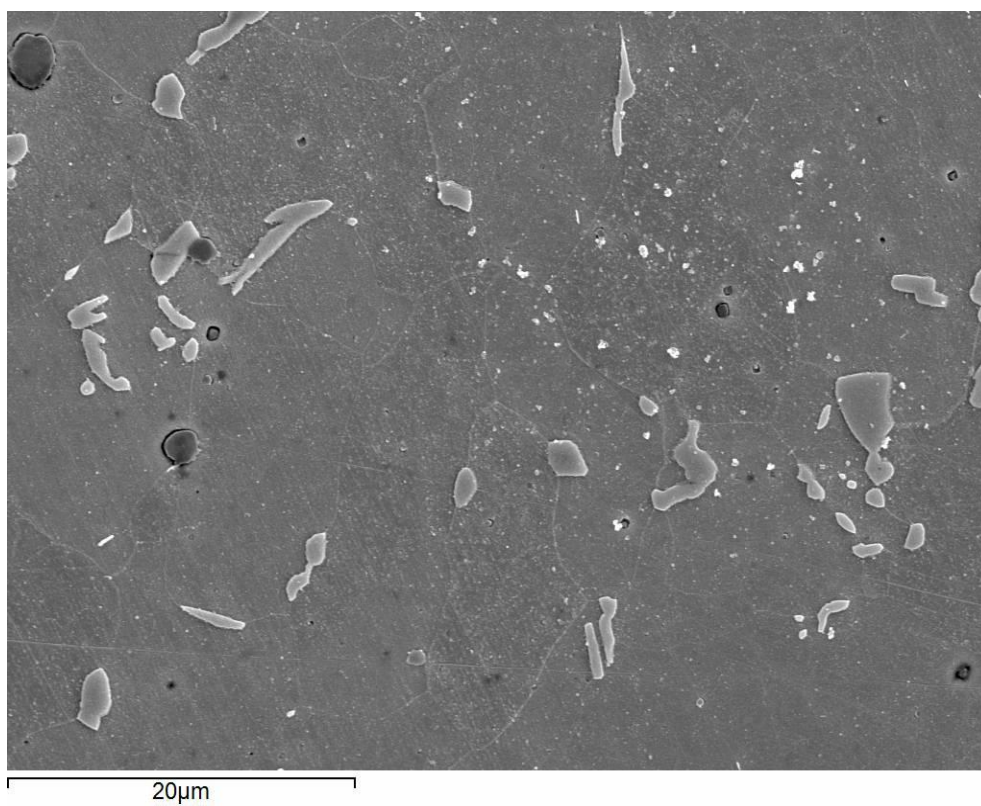
Como en los anteriores casos, las dos fases de la globulización se dan en esta muestra. Los tamaños de la cementita globulizada varían, como en el resto de casos, debido a que la diferencia de las energías libres en las interfases de las partículas favorecen el crecimiento de las más grandes respecto a las más pequeñas (Porter y Easterling, 1981: 279-287; Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23).



**Figura 112.** Probeta de la muestra de la fíbula de Numancia (Soria).



**Figura 113.** Imagen de MEB mostrando la globulización de la cementita preferente en las primitivas colonias perlíticas.



**Figura 114.** Imagen de MEB mostrando a mayores aumentos la Figura 113. Se observa que el proceso de globulización de la cementita es preferente en los límites de grano.



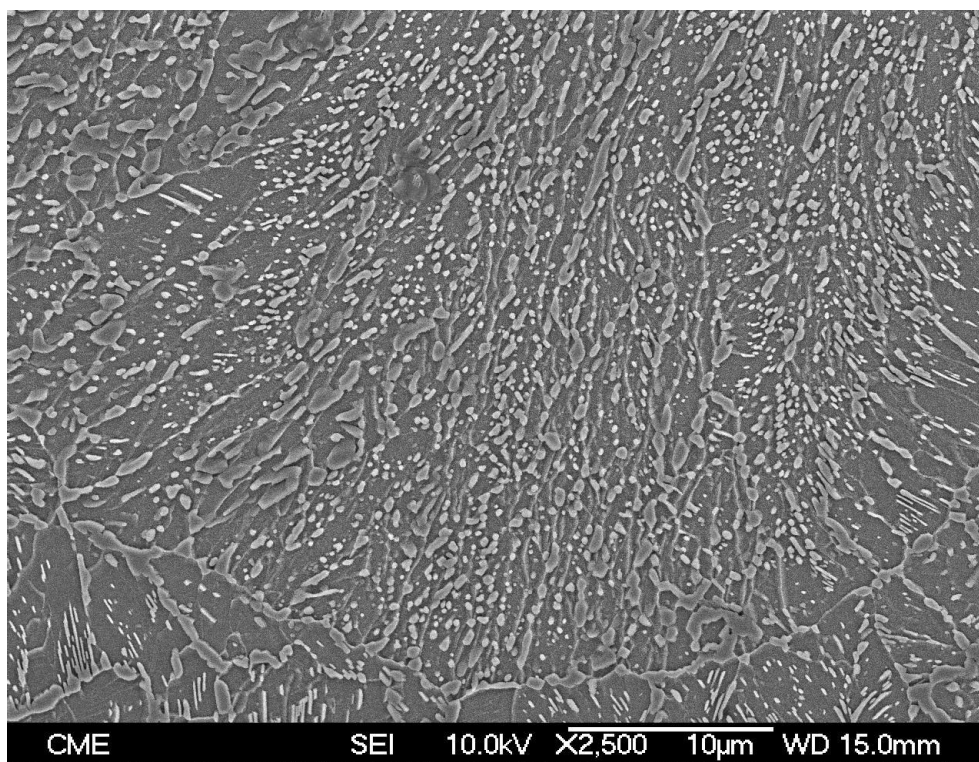
#### 4.2.3.2. Pinzas

La siguiente muestra, de la Manzana XXIII de Numancia, es de unas pinzas (Figura 115). En este caso la globulización de la cementita se ha distribuido por toda la matriz ferrítica. De esta manera el testigo identifica que alcanzó el campo monofásico austenítico, entre los 850° C y los 900° C, durante los 400 segundos necesarios para que toda la matriz transformara a austenita y el posterior enfriamiento lento conllevara a que la cementita globulizada apareciera homogéneamente repartida por toda la matriz (Calvo *et al.*, 1981: 1-61) (Figura 116).

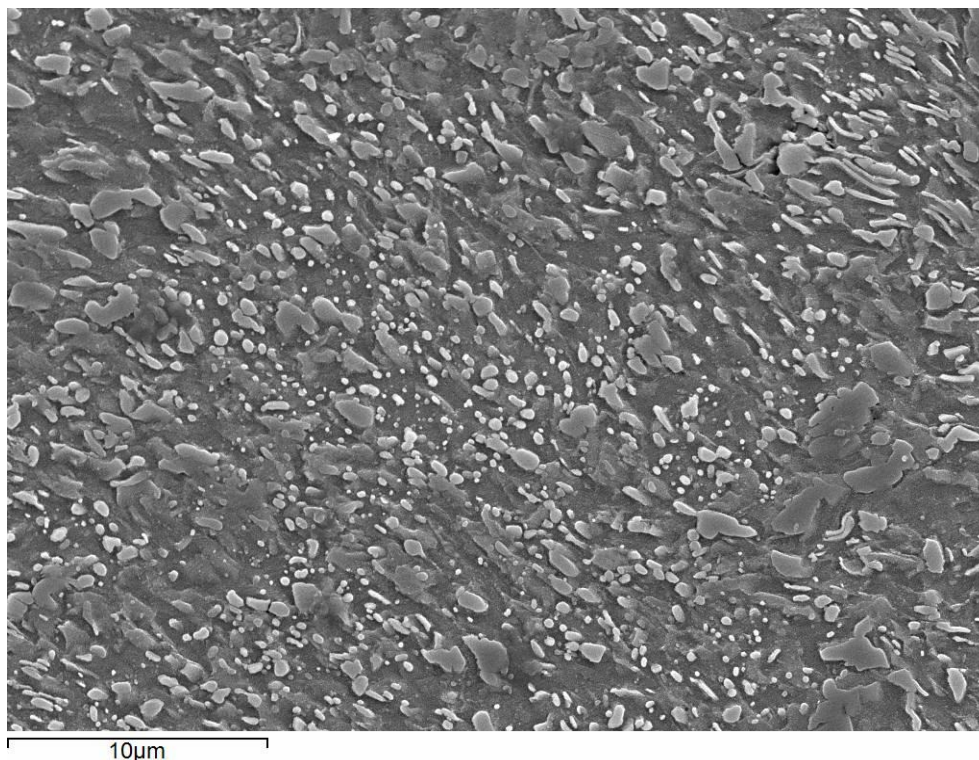
En una micrografía a mayores aumentos se observan, de nuevo, las dos etapas de la globulización de la cementita, las cuales son el escalonamiento y la globulización y crecimiento. Siempre favorecido por la diferencia en las energías superficiales el crecimiento de los glóbulos más grandes se produce en detrimento de los más pequeños (Porter y Easterling, 1981: 279-287; Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23) (Figura 117).



**Figura 115.** Probeta de la muestra de las pinzas de Numancia (Soria).



**Figura 116.** Imagen de MEB mostrando cementita globulizada homogéneamente repartida por toda la matriz.



**Figura 117.** Imagen de MEB mostrando las dos etapas de la globulización de la cementita (escalonamiento y globulización y crecimiento). La diferencia en las energías superficiales hace que el crecimiento de los glóbulos más grandes se produzca en detrimento de los más pequeños.

#### 4.2.3.3. Tijeras

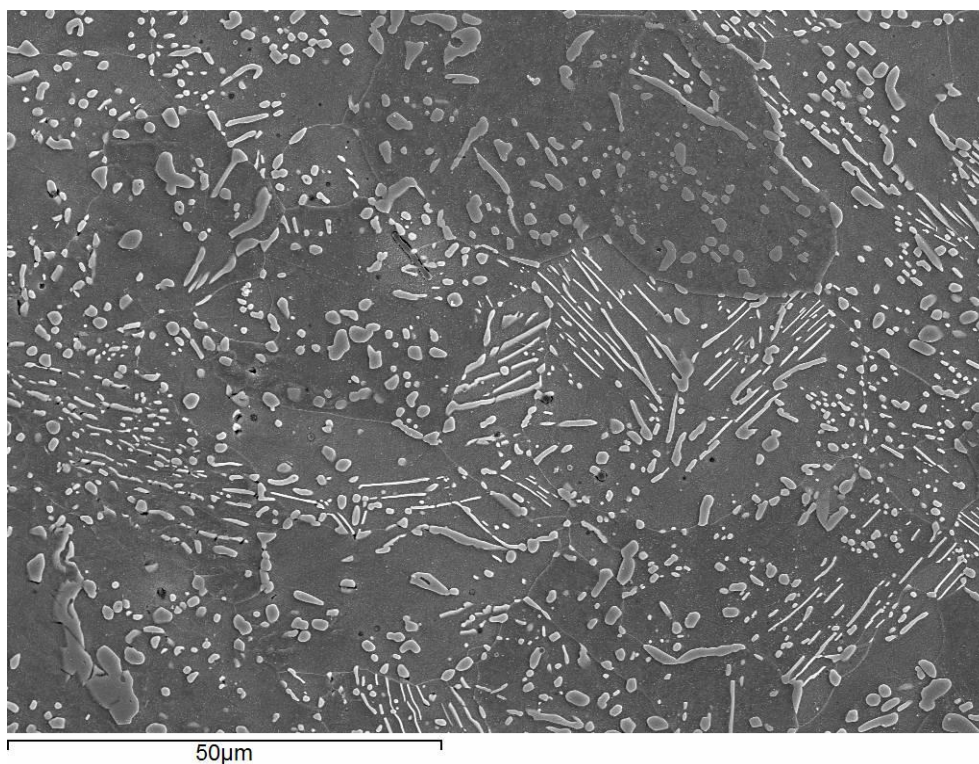
La última muestra de la Manzana XXIII de Numancia son las tijeras (Figura 118). Se trata de una muestra ejemplar de la evolución de las dos fases de la globulización de la cementita, observándose claramente grupos de cementita escalonándose junto a otros globulizándose y en crecimiento y decrecimiento según el tamaño de las partículas (Porter y Easterling, 1981: 279-287; Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23). La cementita globulizada, en sus diferentes etapas, aparece homogéneamente repartida por toda la superficie, de lo que se deduce que la temperatura alcanzó los 850° C, durante 400 segundos, transformándose toda la matriz en austenita y, con el posterior enfriamiento lento, la cementita globulizada aparece precipitada y repartida por toda la matriz (Calvo *et al.*, 1981: 1-61) (Figura 119).



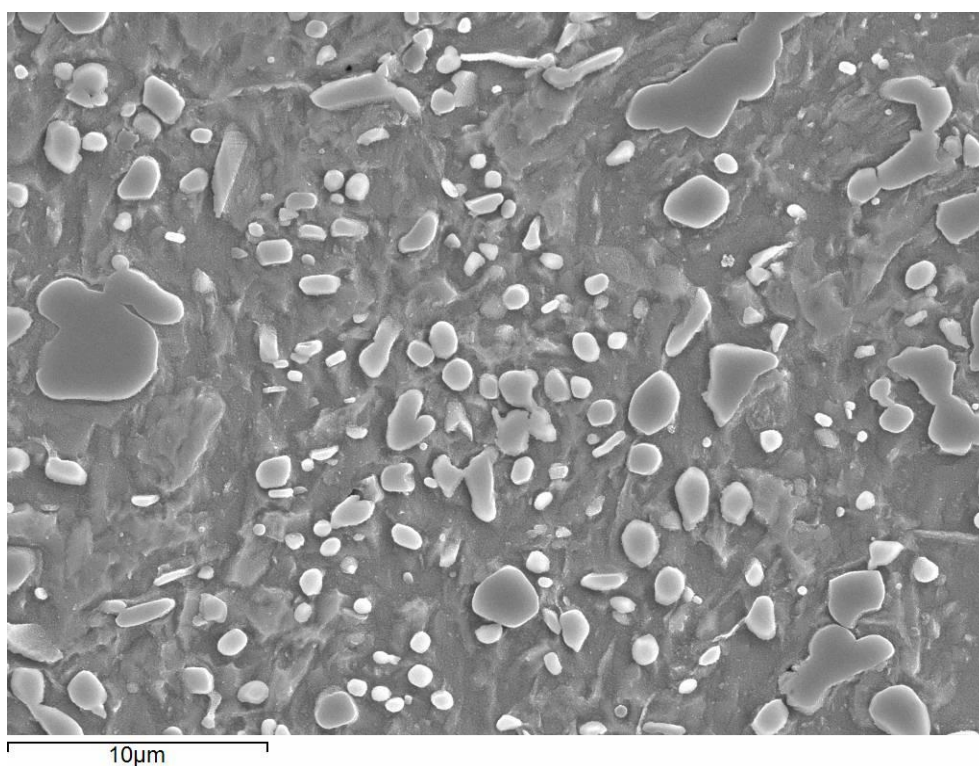
La Figura 120 muestra en detalle una zona en la que se está dando en exclusiva la segunda etapa de la globulización de la cementita con el crecimiento de las partículas más grandes en detrimento de las más pequeñas (Porter y Easterling, 1981: 279-287; Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23).



**Figura 118.** Probeta de la muestra de las tijeras de Numancia (Soria).



**Figura 119.** Imagen de MEB mostrando grupos de cementita escalonándose junto a otros globulizándose y en crecimiento y decrecimiento según el tamaño de las partículas.



**Figura 120.** Imagen de MEB mostrando en detalle una zona en la que se está dando en exclusiva la segunda etapa de la globulización de la cementita con el crecimiento de las partículas más grandes en detrimento de las más pequeñas.

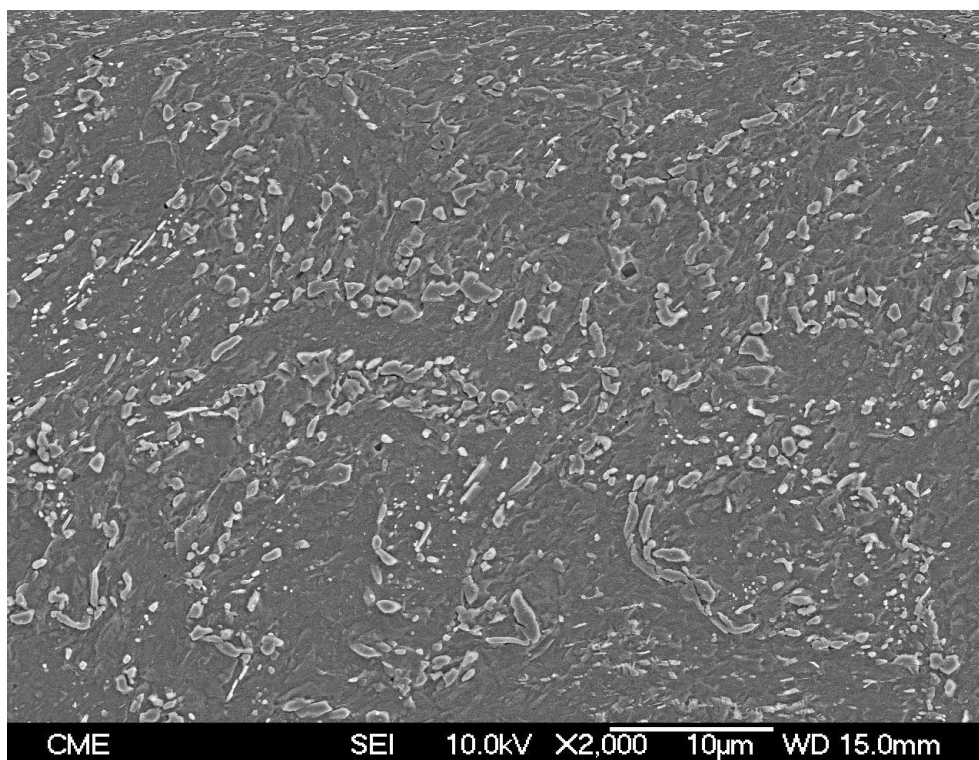


#### 4.2.3.4. Clavo

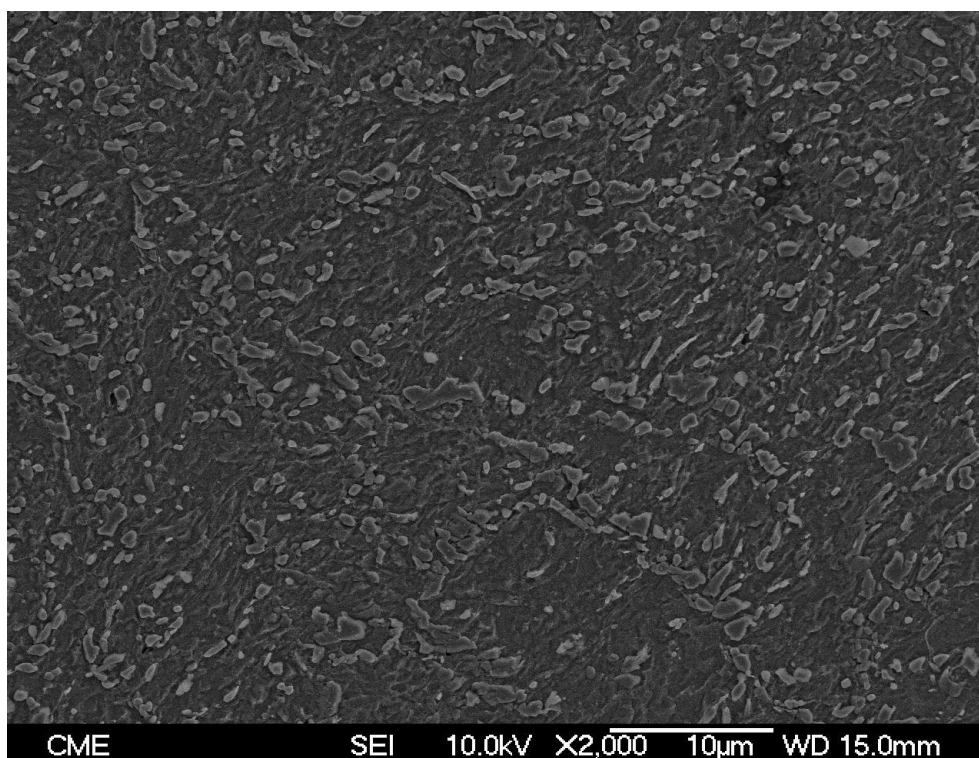
La primera muestra de la zona de Casas de la Muralla Este de Numancia es el clavo (Figura 121). Se detecta que la cementita globulizada aparece homogéneamente repartida por toda la superficie (Figura 122), de lo que se deduce que la pieza sufrió una temperatura mínima de 850° C, transformándose toda la matriz en austenita. En la Figura 123 se puede observar como prácticamente la única fase presente es la segunda, la de la globulización y crecimiento de la cementita.



**Figura 121.** Probeta de la muestra del clavo de Numancia (Soria).



**Figura 122.** Imagen de MEB mostrando la cementita globulizada que aparece homogéneamente repartida por toda la superficie.



**Figura 123.** Imagen de MEB mostrando como prácticamente la única fase presente es la de la globulización y crecimiento de la cementita.

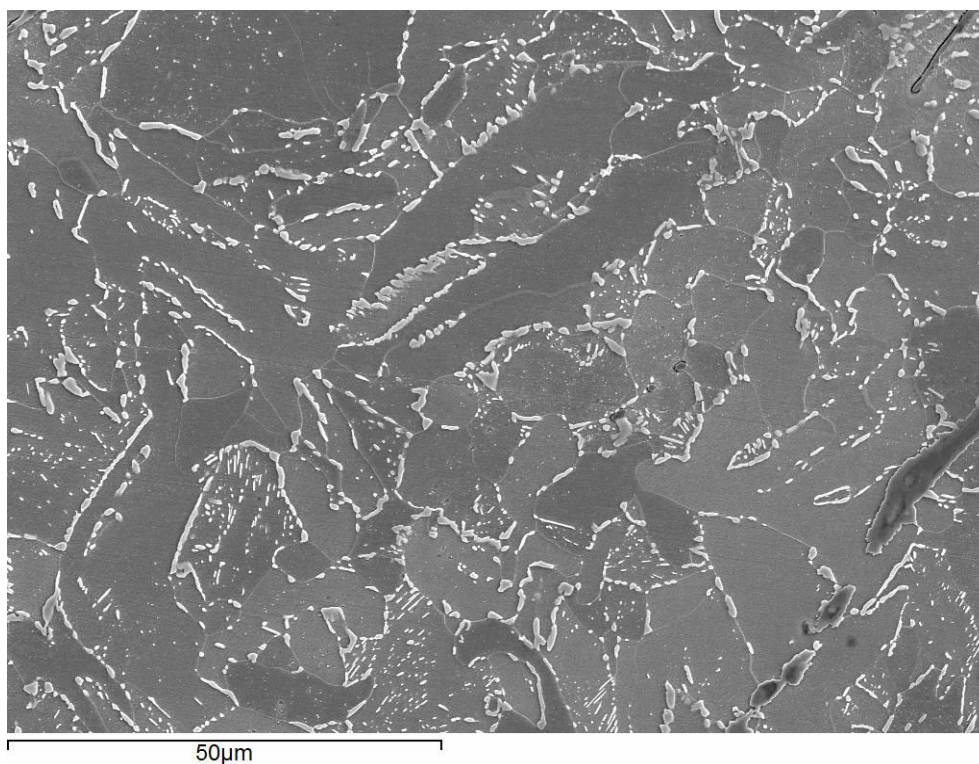


#### 4.2.3.5. Regatón

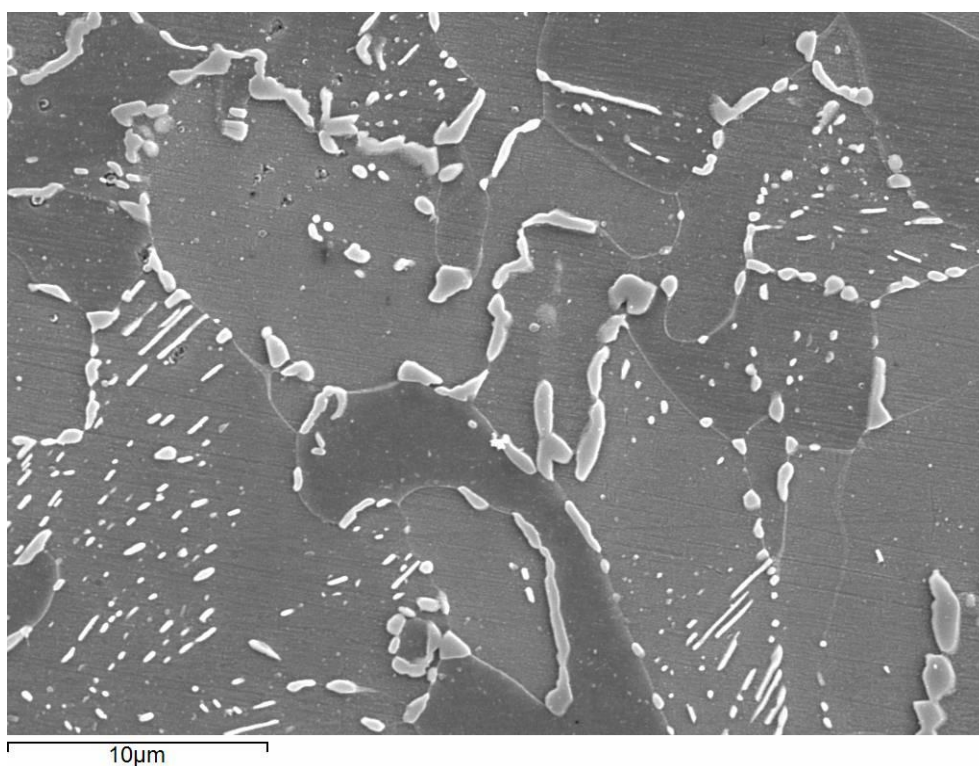
La siguiente muestra de esta zona es el regatón (Figura 124). En este caso la temperatura se pudo mantener en el campo bifásico ferrita-austenita, ligeramente por encima de los 720° C de la línea eutectoide, o a temperaturas cercanas a la línea eutectoide y tiempos prolongados, conservándose aproximadamente la geometría de las colonias perlíticas primitivas, apareciendo cementita globulizada en los límites de grano y en las antiguas colonias perlíticas (Calvo *et al.*, 1981: 1-61) (Figura 125). En la Figura 126 se puede observar en detalle la globulización de la cementita en los límites de grano y en las antiguas colonias perlíticas.



**Figura 124.** Probeta de la muestra del regatón de Numancia (Soria).



**Figura 125.** Imagen de MEB mostrando como se conserva aproximadamente la geometría de las colonias perlíticas primitivas, apareciendo cementita globulizada en los límites de grano y en las antiguas colonias perlíticas.



**Figura 126.** Imagen de MEB mostrando en detalle la globulización de la cementita en los límites de grano y en las antiguas colonias perlíticas.

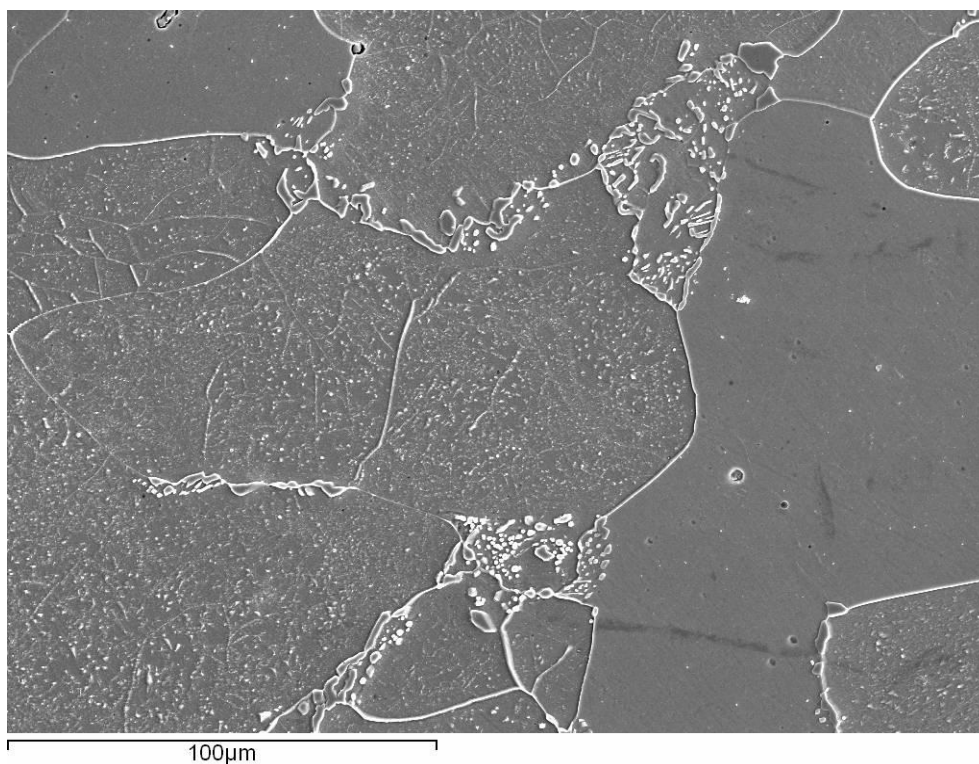
#### 4.2.3.6. Punta de lanza

Por último tenemos la punta de lanza a la que se ha prestado especial atención por lo detallado de la ilustración de los procesos térmicos sufridos (Figura 127). Se trata de un acero en el cual las colonias perlíticas se han mantenido en su localización primitiva, superando los 720° C pero manteniéndose en el campo bifásico ferrita-austenita o a temperaturas cercanas a la línea eutectoide y tiempos prolongados (Figura 128). En las Figuras 129 y 130 se muestran en detalle dos colonias de cementita globulizada, presentes en el mismo lugar en el que estaba la anterior colonia perlítica y que sirven como ejemplo ideal de este tipo de microestructuras.

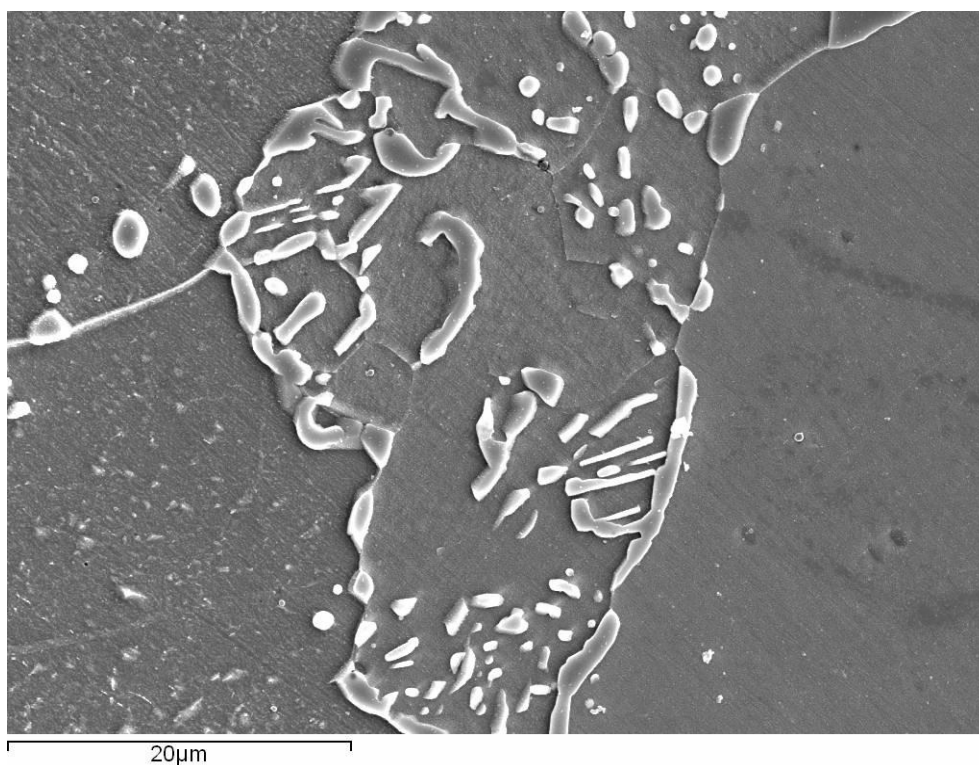


**Figura 127.** Probeta de la muestra de la punta de lanza de Numancia (Soria).

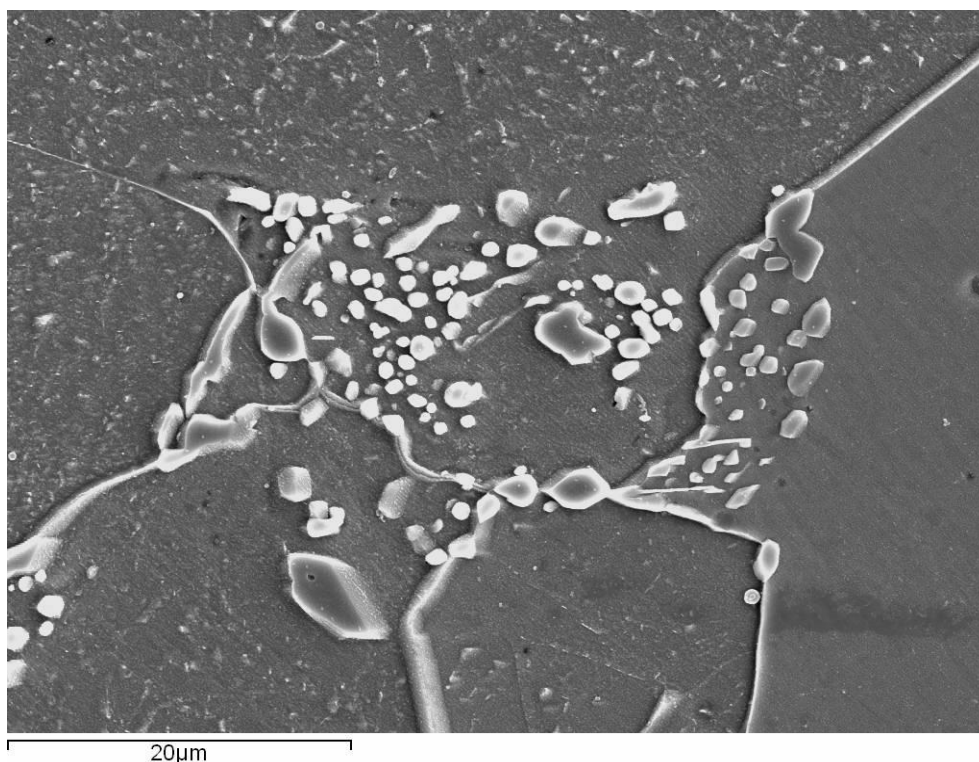




**Figura 128.** Imagen de MEB mostrando como las colonias perlíticas se han mantenido en su localización primitiva antes del ciclo térmico del incendio.



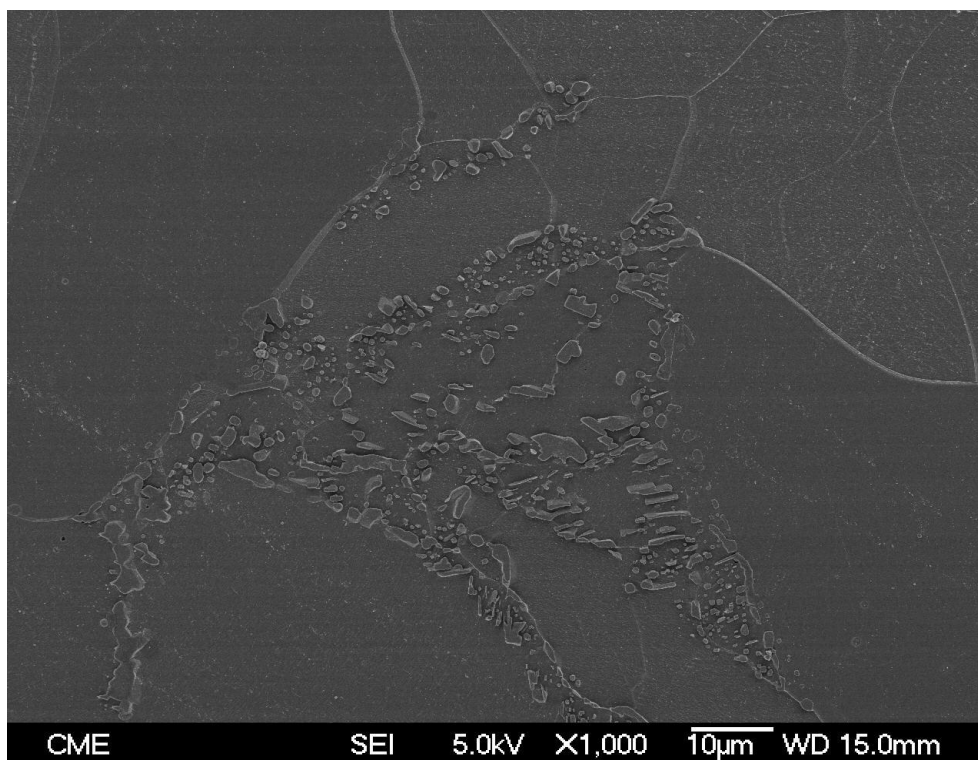
**Figura 129.** Imagen de MEB mostrando en detalle una colonia de cementita globulizada presente en el mismo lugar en el que estaba la anterior colonia perlítica.



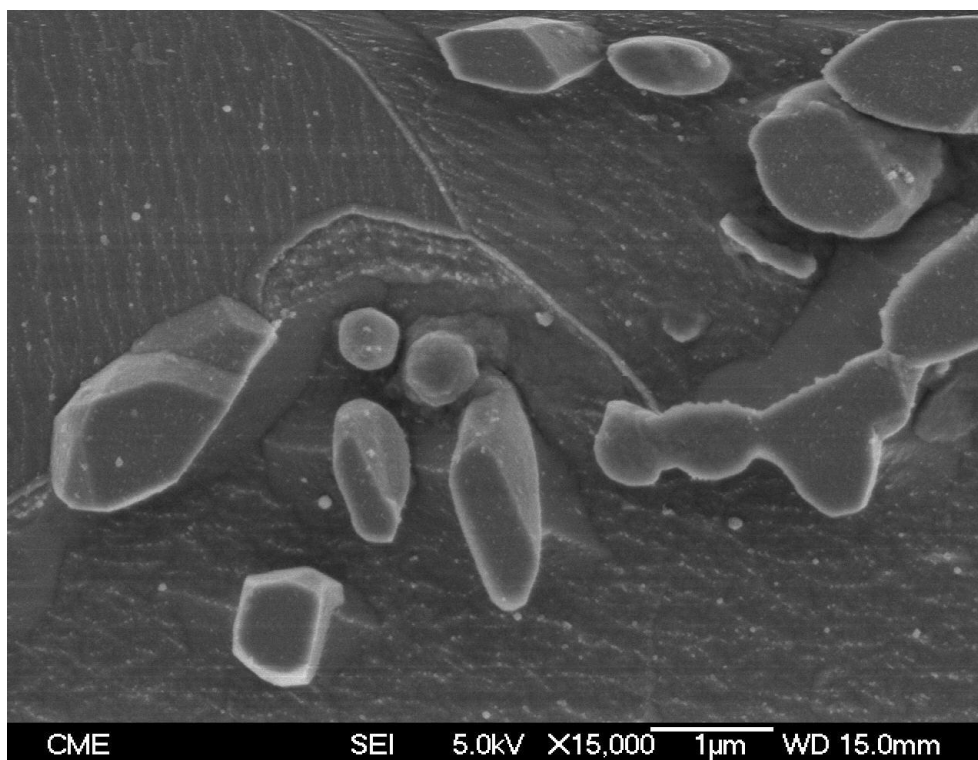
**Figura 130.** Imagen de MEB mostrando en detalle otra colonia de cementita globulizada presente en el mismo lugar en el que estaba la anterior colonia perlítica y que nos sirve como ejemplo ideal de este tipo de microestructuras.

En este caso también sea observado metalográficamente la muestra mediante Microscopía Electrónica de Barrido de Emisión de Campo (SEM-FEG). En la Figura 131 se observa una colonia de cementita globulizada, donde antes del ciclo térmico estuvo presente una colonia perlítica, ya que no existe alrededor suyo ningún indicio de haber dejado difundir carbono en el grano ferrítico. En las Figuras 132 y 133 se muestran en detalle la cementita globulizada en la fase de crecimiento debido a la competencia que generan la diferencia de energías libres que favorecen a las más grandes respecto a las más pequeñas y preferentemente en los límites de grano (Porter y Easterling, 1981: 279-287; Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23). Además resalta a la perfección su morfología cristalina idiomórfica con su crecimiento característico de compuesto intermetálico en planos o láminas que lleva a morfologías poliédricas de alta esfericidad (Chadwick, 1972: 188-194).

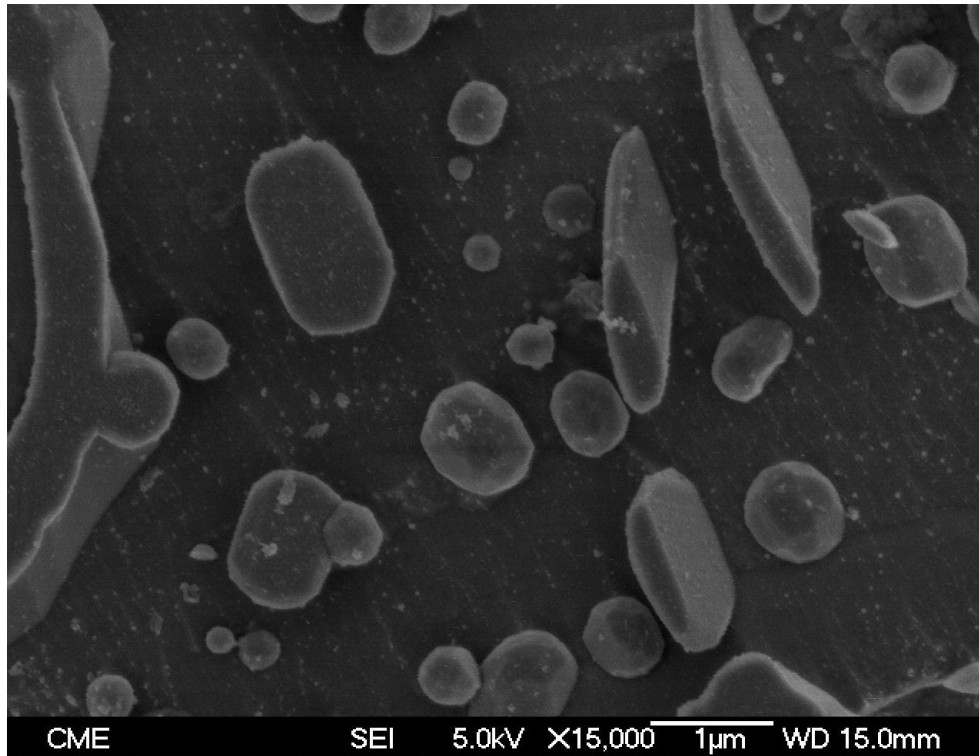




**Figura 131.** Imagen de SEM-FEG mostrando en detalle una colonia de cementita globulizada, donde antes del ciclo térmico estuvo presente una colonia perlítica. SE observan las dos fases de escalonamiento y globulización y crecimiento.



**Figura 132.** Imagen de SEM-FEG mostrando en detalle la cementita globulizada en la fase de crecimiento debido a la competencia que generan la diferencia de energías libres que favorecen a las más grandes respecto a las más pequeñas y preferentemente en los límites de grano.



**Figura 133.** Imagen de SEM-FEG mostrando en detalle glóbulos de cementita con su morfología cristalina idiomórfica y crecimiento característico de compuesto intermetálico en planos o láminas que lleva a morfologías poliédricas de alta esfericidad.

#### **4.3. Muestras arqueológicas sin ciclo térmico final**

A continuación se van a exponer tres ejemplos de microestructuras de piezas arqueológicas de acero que no han sufrido ningún ciclo térmico al final de su vida útil. Esto servirá para contrastar y diferenciar estas estructuras respecto a las observadas en los apartados anteriores. Dos de las muestras son clavos procedentes del castro de San Chuís (Allande, Asturias), cuya cronología oscila entre el siglo I a. C. y el siglo I d. C. de época romana. La tercera muestra es un clavo procedente del encofrado del *Aqua Augusta* de Córdoba y por lo tanto fechable en el siglo I d. C.

### 4.3.1. Clavos del castro de San Chuís (Allande, Asturias)

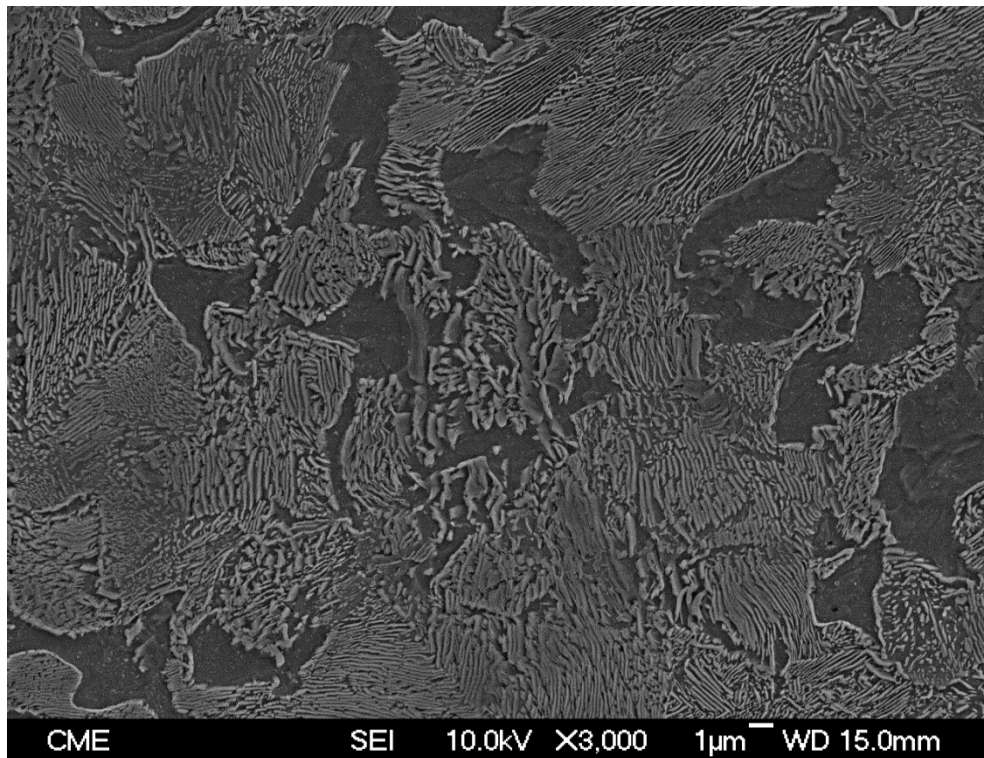
#### 4.3.1.1. Clavo E 12-9 (SC-1)

El primero de los clavos, el E 12-9, al que en laboratorio se le ha llamado SC-1 (Figura 134), presenta una microestructura diferente a las observadas hasta ahora, precisamente por no haber sufrido un ciclo térmico final de incineración o incendio. La microestructura se conoce como perlita, cuyo nombre proviene de su aspecto visual nacarado semejante a las perlas. Se trata del agregado eutectoide del acero formado por capas alternativas de ferrita y cementita (Figura 135). Su espaciado interlaminar depende de si el enfriamiento se ha llevado a cabo en el horno o al aire, esto es, depende de la velocidad de enfriamiento (Criado, 2008: 15-17). En este caso se ha producido un laminado en caliente con un recocido a unos 900° C (campo austenítico) y enfriado al aire, como se observa de su espaciado interlaminar fino (Criado, 2008: 30). Las láminas de cementita se muestran en relieve ya que no se atacaron con nital y muestran distintas orientaciones en el crecimiento de la perlita (Figura 136).





**Figura 134.** Clavo E 12-9 (SC-1) del castro de San Chuís (Allande, Asturias).



**Figura 135.** Imagen de MEB mostrando la microestructura se conoce como perlita, cuyo nombre proviene de su aspecto visual nacarado semejante a las perlas. Se trata del agregado eutectoide del acero formado por capas alternativas de ferrita y cementita.



**Figura 136.** Imagen de MEB mostrando un espaciado interlaminar fino. Éste depende de si el enfriamiento se ha llevado a cabo en el horno o al aire, esto es, depende de la velocidad de enfriamiento. En este caso se ha producido un laminado en caliente con un enfriado al aire desde campo austenítico (900° C).

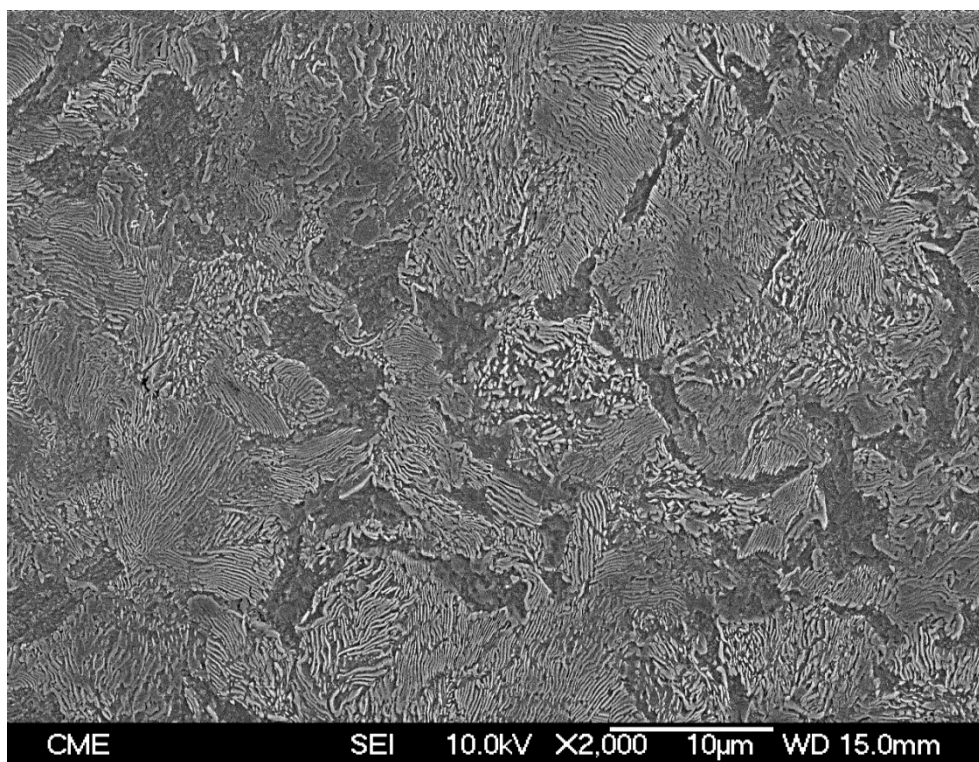
#### 4.3.1.2. Clavo D 16-45 (SC-2)

Las mismas circunstancias que en el SC-1 se dan en el segundo clavo, el D 16-45, que se ha llamado SC-2 en laboratorio (Figura 137), mostrando las capas alternativas de ferrita y cementita (Figura 138). Con más detalle se muestran las láminas de cementita en relieve con diferentes orientaciones en el crecimiento de la perlita en la Figura 139.

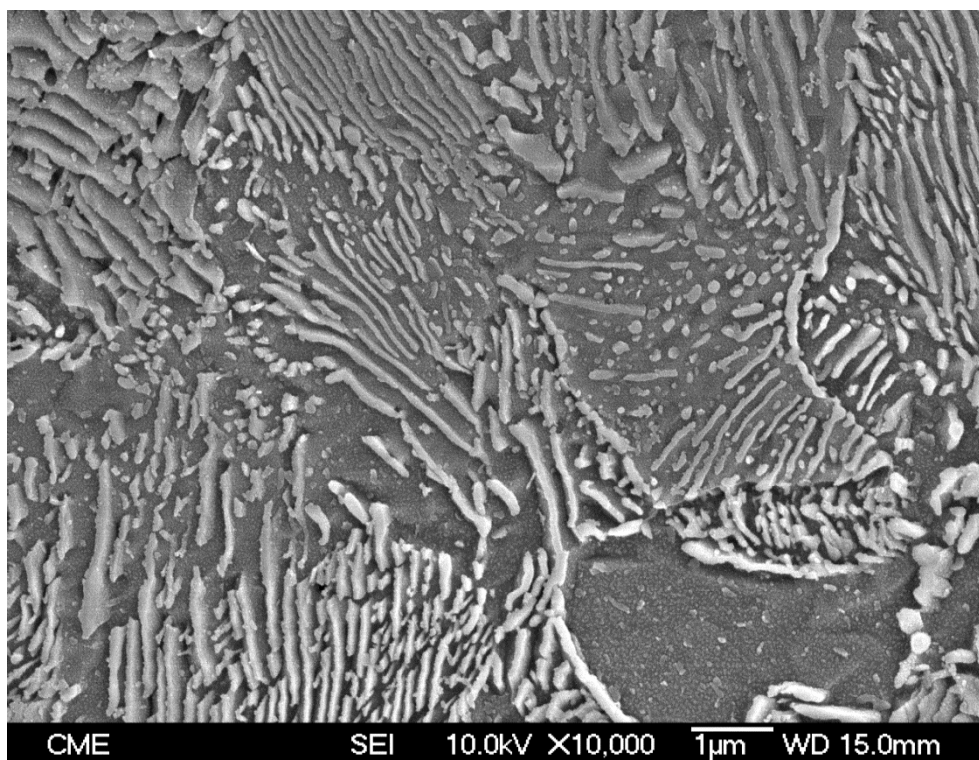




**Figura 137.** Clavo D 16-45 (SC-2) del castro de San Chuís (Allande, Asturias).



**Figura 138.** Imagen de MEB mostrando mostrando las capas alternativas de ferrita y cementita como en el caso del clavo E 12-9.



**Figura 139.** Imagen de MEB mostrando un espaciado interlaminar fino, como en caso del clavo E 12-9, lo que nos informa sobre que se ha producido un laminado en caliente con un enfriado al aire desde campo austenítico (900° C).

#### 4.3.2. Clavo del acueducto Aqua Augusta “Vetus” de Córdoba

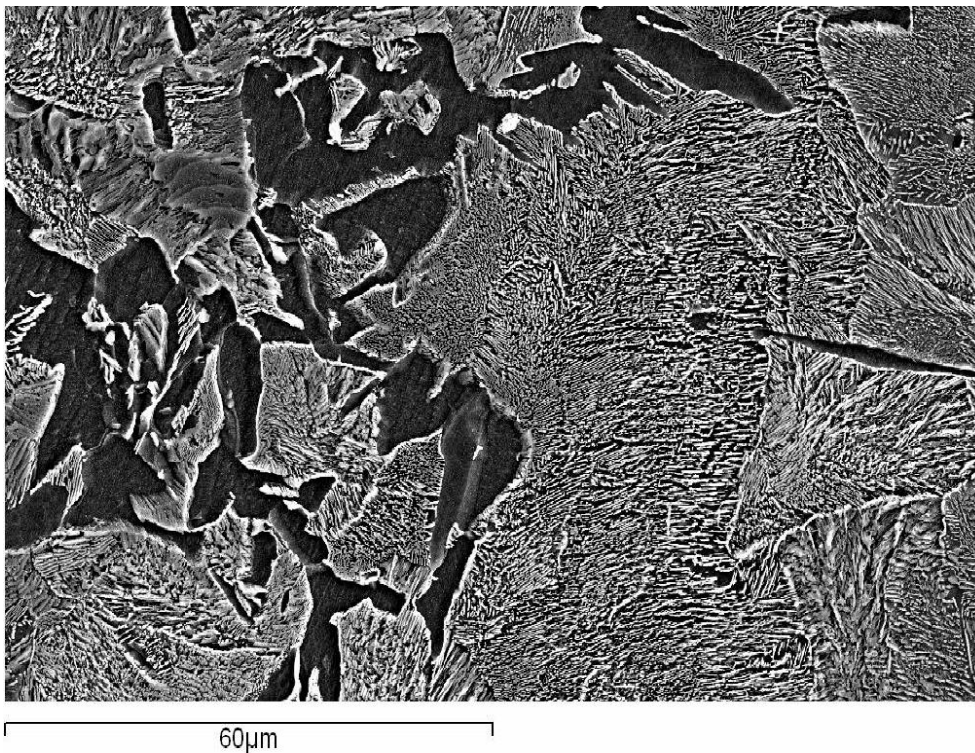
Se trata de un clavo supuestamente usado para el encrochado del acueducto *Aqua Augusta Vetus* de *Colonia Patricia Corduba* (Figura 140).

De nuevo se presenta el agregado eutectoide del acero, la perlita, formado por capas de ferrita y cementita, esto es, carburo de hierro. Esta pieza fue laminada en caliente y enfriada al aire desde el campo eutectoide (a unos 900° C) ya que muestra un interlaminado fino (Criado, 2008: 30) (Figura 141). Se observa que las colonias perlíticas evidencian colonias irregulares debido a una fuerte deformación en caliente sufrida por la austenita antes del enfriamiento (Criado, 2008: 31) (Figura 142). Con mayor detalle se observa las diferentes orientaciones del crecimiento de la perlita en la Figura 143.



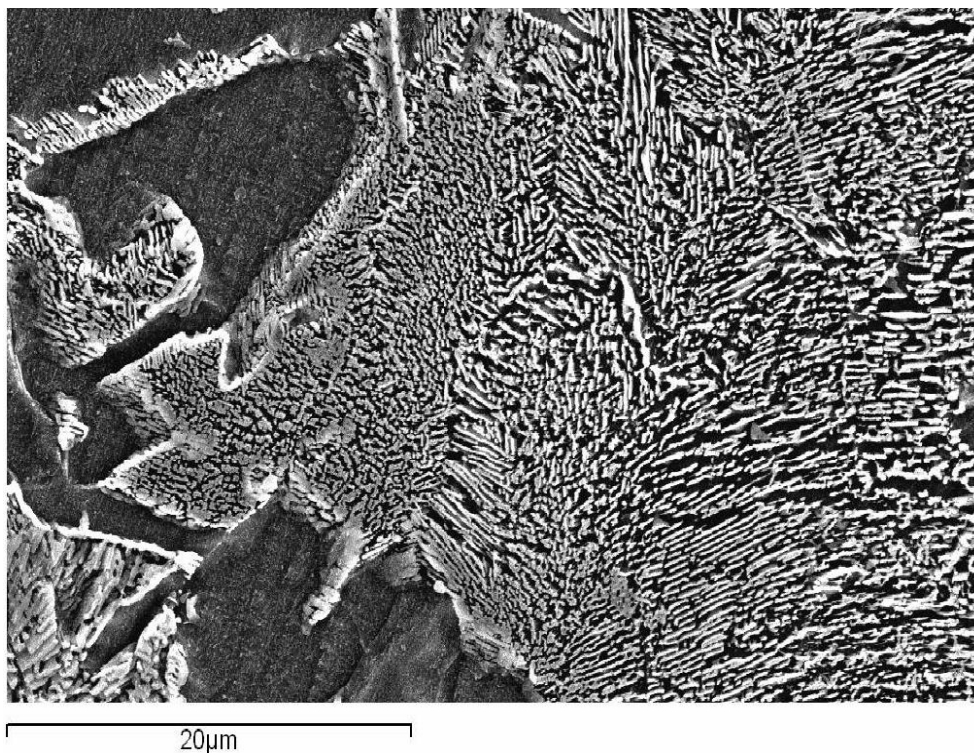


**Figura 140.** Clavo Aqua Augusta Vetus (Córdoba).

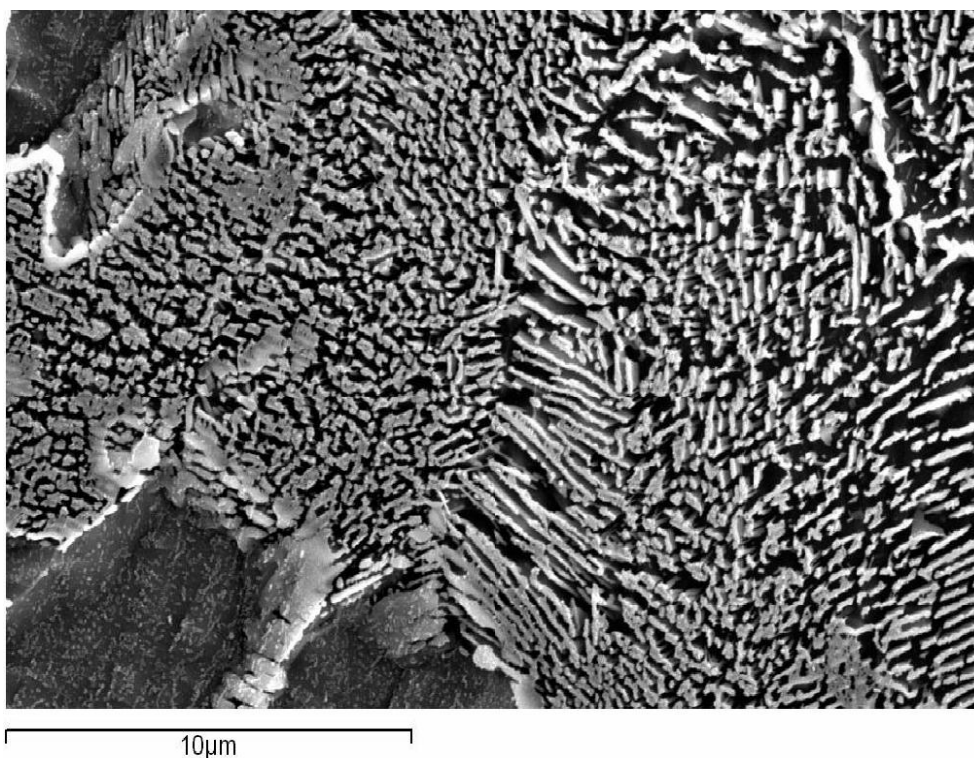


**Figura 141.** Imagen de MEB mostrando el agregado eutectoide del acero, la perlita, formado por capas de ferrita y cementita, esto es, carburo de hierro. Esta pieza fue laminada en caliente y enfriada al aire desde el campo eutectoide (a unos 900° C) ya que presenta un interlaminado fino.





**Figura 142.** Imagen de MEB donde se observa que las colonias perlíticas presentan colonias irregulares debido a una fuerte deformación en caliente sufrida por la austenita antes del enfriamiento.



**Figura 143.** Imagen de MEB mostrando con mayor detalle las diferentes orientaciones del crecimiento de la perlita.

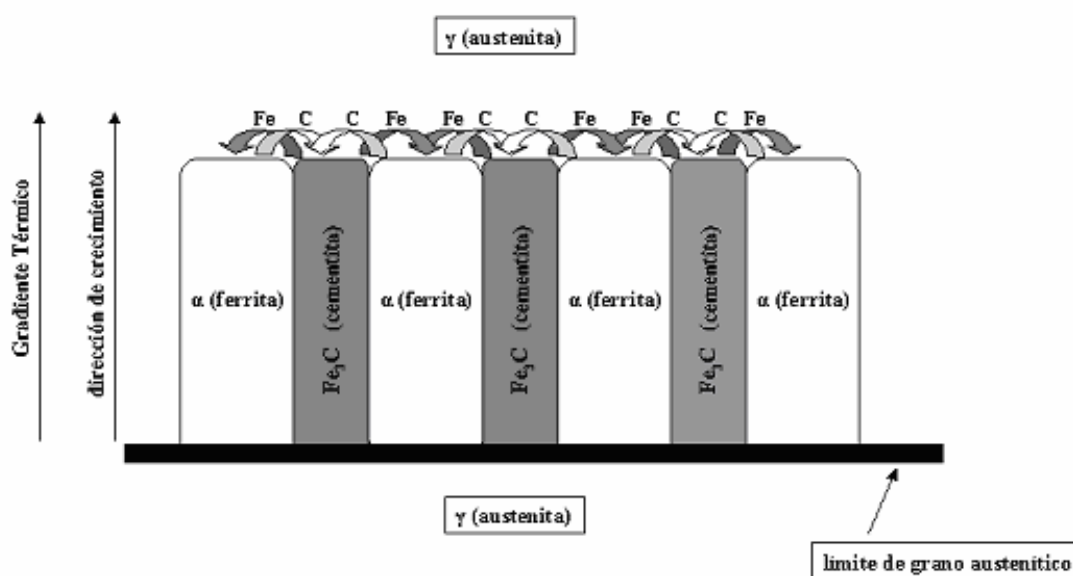
Todas las muestras que no han sufrido un ciclo térmico final muestran el acero en estado de recepción, con granos ferríticos y colonias perlíticas que, posteriormente al ciclo térmico final, dependiendo de las circunstancias de temperatura y tiempo, evidenciarán microestructuras diferentes, que como ya hemos visto son la precipitación de cristales de carburo de hierro en la matriz ferrítica y en estructura Windmanstätten para aceros provenientes de ritos de cremación y cementita globulizada en la antigua colonia perlítica, o precipitada por toda la matriz ferrítica, en el caso de aceros provenientes de niveles de incendio.

#### **4.4. Muestras experimentales**

##### **4.4.1. Reproducción experimental de las microestructuras del ciclo térmico de incineración**

El tratamiento térmico al que se ha sometido al acero experimental AISI 1005, para la reproducción de las microestructuras aparecidas en las muestras arqueológicas sometidas a ritos funerarios de cremación, fue un calentamiento hasta campo austenítico, a 1000° C durante una hora, y un posterior enfriamiento al aire. Debido al cambio de temperatura, la fase austenita deja de ser estable, ya que las fases más estables a menor temperatura son las de ferrita y cementita. La fase ferrita, pobre en carbono, necesita segregar el anteriormente disuelto en la fase austenita. Esta segregación del carbono se produce mediante la precipitación de la fase cementita, rica en carbono, de forma que se produce un crecimiento conjunto de láminas alternadas de ferrita y cementita, formándose una estructura característica de las transformaciones eutécticas, que en el acero se conoce como perlita. La perlita forma láminas porque los átomos de carbono necesitan difundir la distancia mínima dentro de esa estructura.

La Figura 144 ilustra esquemáticamente los cambios microestructurales que acompañan la reacción eutectoide de formación de perlita, indicando las flechas la dirección de la difusión del carbono. El crecimiento se produce a partir del límite de grano debido a factores energéticos, ya que la nucleación es más fácil en zonas de mayor energía como superficies, dislocaciones o límites de grano (Porter y Easterling, 1981: 279-287; Calvo, F. A. *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23). Los átomos de carbono difunden de la región ferrítica a las capas de cementita para conseguir la concentración del 6,70 % en masa de carbono y la perlita se propaga a partir de los límites de grano al interior de los granos ferríticos.

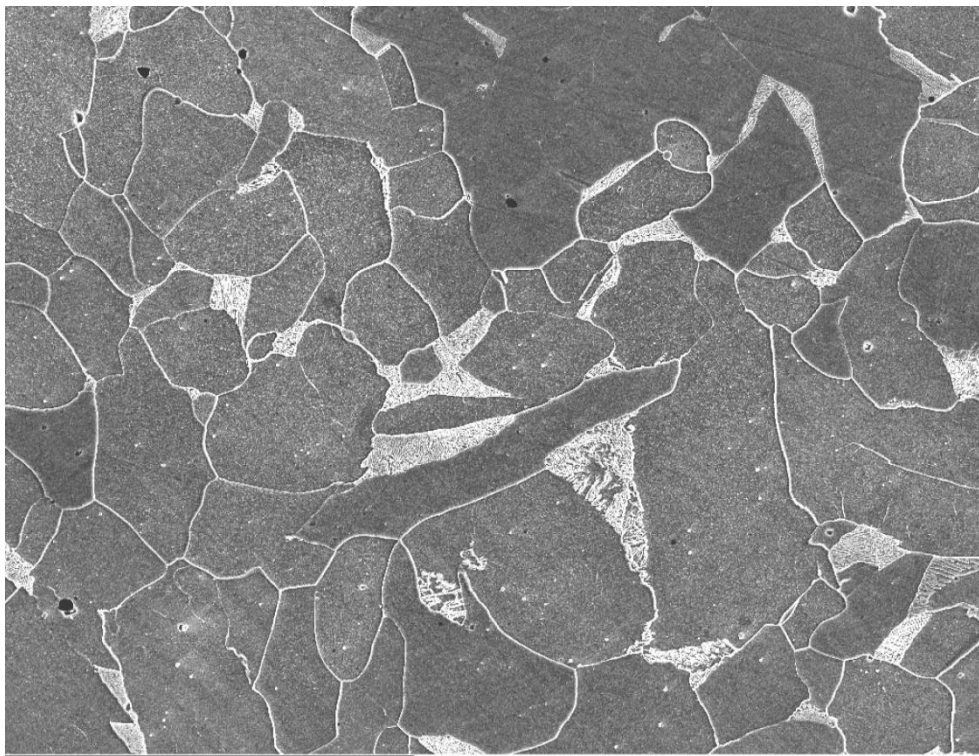


**Figura 144.** Ilustración esquemática de los cambios microestructurales que acompañan la reacción eutectoide de formación de perlita, indicando las flechas la dirección de la difusión del carbono. El crecimiento se produce a partir del límite de grano debido a factores energéticos, ya que la nucleación es más fácil en zonas de mayor energía como superficies, dislocaciones o límites de grano (Fuente: A. Criado).

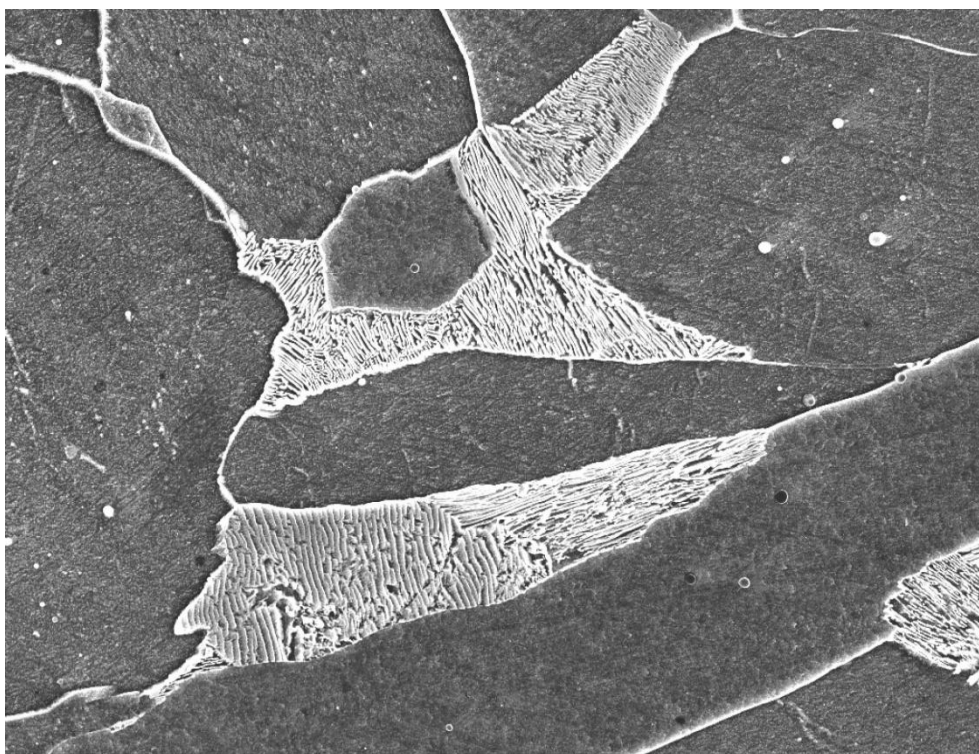
En las probetas tratadas se ha empleado como reactivo el nital al 4%, el cual ataca las zonas de ferrita con más alto contenido energético, resaltando de esta manera las estructuras como la perlita y el límite de grano. A partir del material normalizado se realizó un tratamiento térmico de revenido, a una temperatura moderada y un posterior enfriamiento lento en el horno. Este tratamiento se llevó a cabo en ampollas de vidrio. El revenido, para el envejecimiento artificial, se realizó a una temperatura de 300° C, con unos períodos de tiempo que fueron desde unas horas a más de 10000 horas. El acero seleccionado, el AISI 1005, tiene una composición química que se ajusta perfectamente a los aceros antiguos estudiados en el presente trabajo. Su composición porcentual en masa es: 0,06% máx. Carbono; 0,45% máx. Silicio; 0,35% máx. Manganeso; 0,04 máx. Fósforo; 0,05% máx. Azufre.

La Figura 145 muestra el estado de este acero en estado de recepción: forjado en caliente y normalizado (enfriado al aire). Esto quiere decir que es el acero antes de sufrir el ciclo térmico final de la incineración, mostrando una matriz de granos ferríticos irregulares con pequeñas colonias perlíticas en el límite de grano, como corresponde a un acero hipoeutectoide, al igual que las muestras arqueológicas. La Figura 146 muestra en detalle algunas colonias perlíticas en el límite del grano ferrítico.



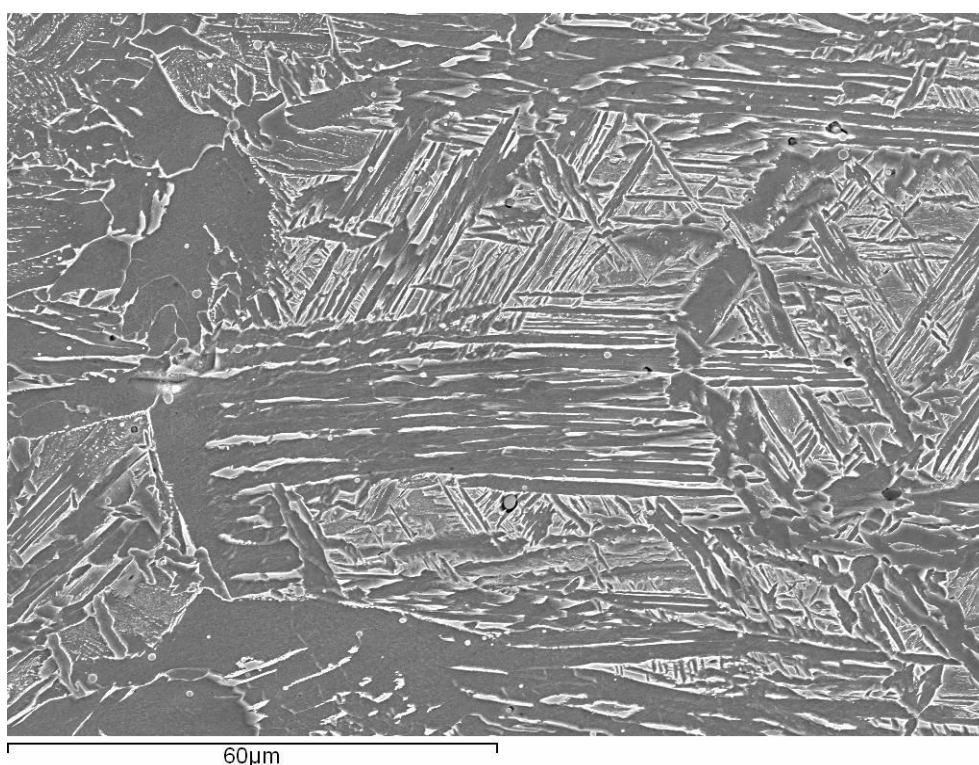


**Figura 145.** Imagen de MEB mostrando el estado del acero en estado de recepción: forjado en caliente y normalizado.



**Figura 146.** Imagen de MEB mostrando muestra en detalle algunas colonias perlíticas en el límite del grano ferrítico.

Cuando se elevó la temperatura de simulación de la incineración hasta los 1000° C, entrando en campo austenítico, el carbono difunde por toda la matriz ferrítica y al enfriarlo al aire, bajo un fuerte gradiente térmico, por encima de los 200° C por minuto (Liu *et al.*, 1984: 261-264), la temperatura pasa por la línea eutectoide rápidamente quedando, de esta manera, el carbono retenido en la matriz ferrítica sobresaturándola (Figura 147).



**Figura 147.** Imagen de MEB mostrando la precipitación del carbono en toda la matriz ferrítica después del calentamiento a 1000° C y su posterior subenfriamiento fuerte.

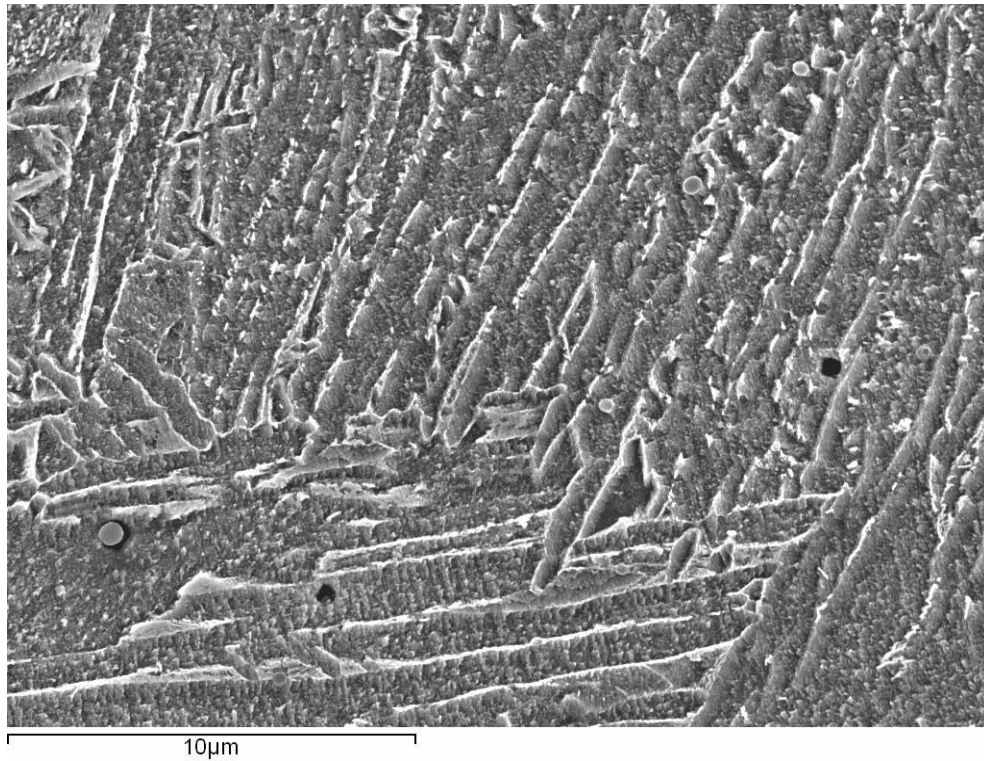
Como se ha enunciado para simular artificialmente el envejecimiento natural se aplicaron revenidos a una temperatura de 300° C con tiempos que fueron desde unas horas a 10000 horas para ver la evolución de la aparición y desarrollo de los precipitados de carburo de hierro en la matriz ferrítica. A las 984 horas de envejecimiento artificial se nota de manera efectiva la nucleación de numerosos carburos de hierro. Para poder observar esta nucleación incipiente se hizo necesario el ataque con picral para



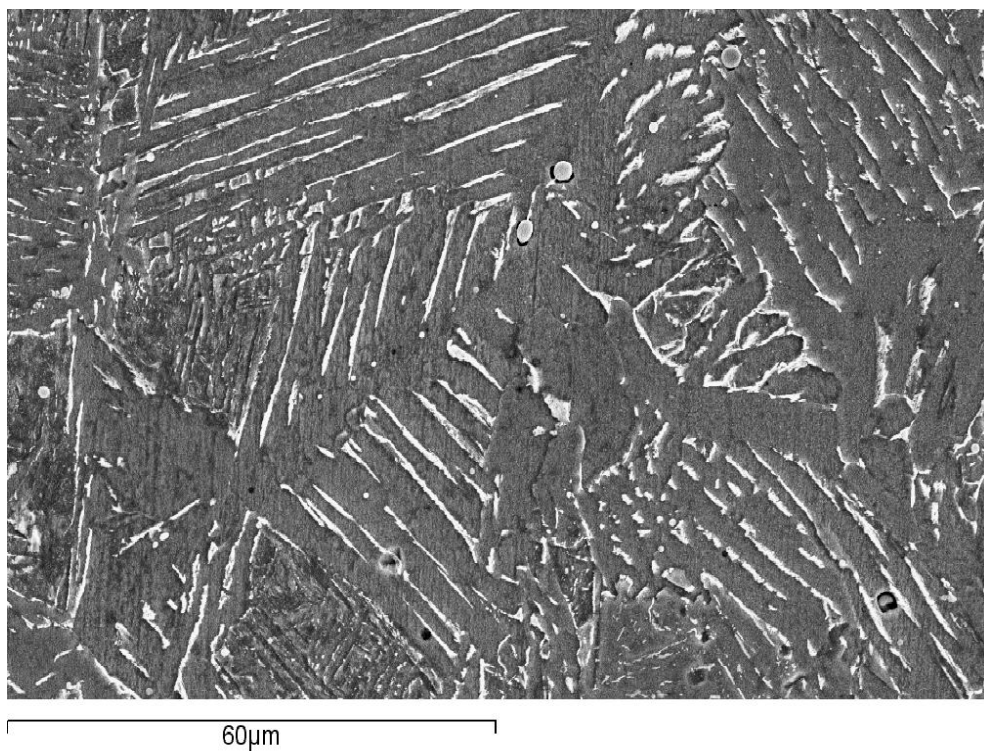
destacar los carburos de hierro, ya que obliga a que el fondo de la matriz ferrítica aparezca oscura y lisa y sobresalgan los cristales de carburo de hierro (Figura 148). La Figura 149 muestra con detalle los carburos de hierro precipitados formando la típica estructura Windmanstätten.

A partir de las 1176 horas de calentamiento a 300° C las imágenes que se aprecian se parecen mucho a las observadas en las muestras arqueológicas estudiadas. Es evidente la masiva precipitación de los carburos de hierro, empezándose a distinguir el crecimiento a partir de los límites de grano y su orientación en estructura Windmanstätten (Figura 150). La Figura 151 muestra en detalle de los precipitados de carburo de hierro.

A partir de las 6000 horas se distinguen claramente los granos ferríticos con los precipitados de carburo de hierro en su interior (Figura 152). A 8000 horas el proceso de precipitación de los cristales de carburo de hierro continúa (Figura 153).

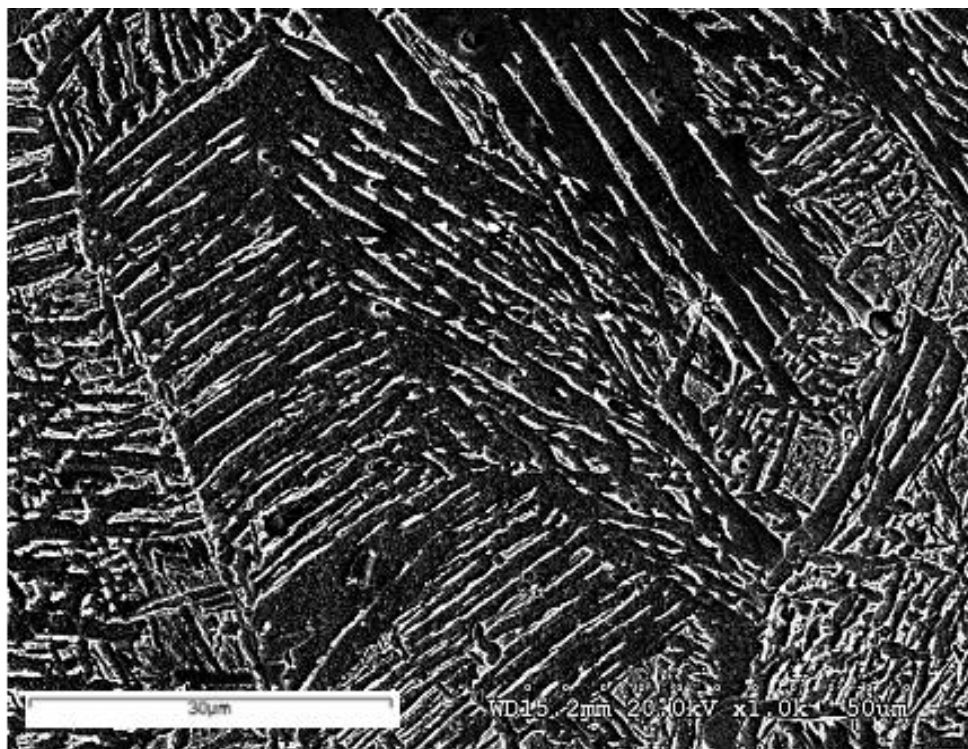


**Figura 148.** Imagen de MEB mostrando a las 984 horas de envejecimiento artificial la nucleación de numerosos carburos de hierro. Para poder observar esta nucleación incipiente se hizo necesario el ataque con Picral para destacar los carburos de hierro, ya que hace que el fondo de la matriz ferrítica aparezca oscura y lisa, y sobresalgan los cristales de carburo de hierro.



**Figura 149.** Imagen de MEB mostrando con detalle los carburos de hierro precipitados formando la típica estructura Windmanstätten.

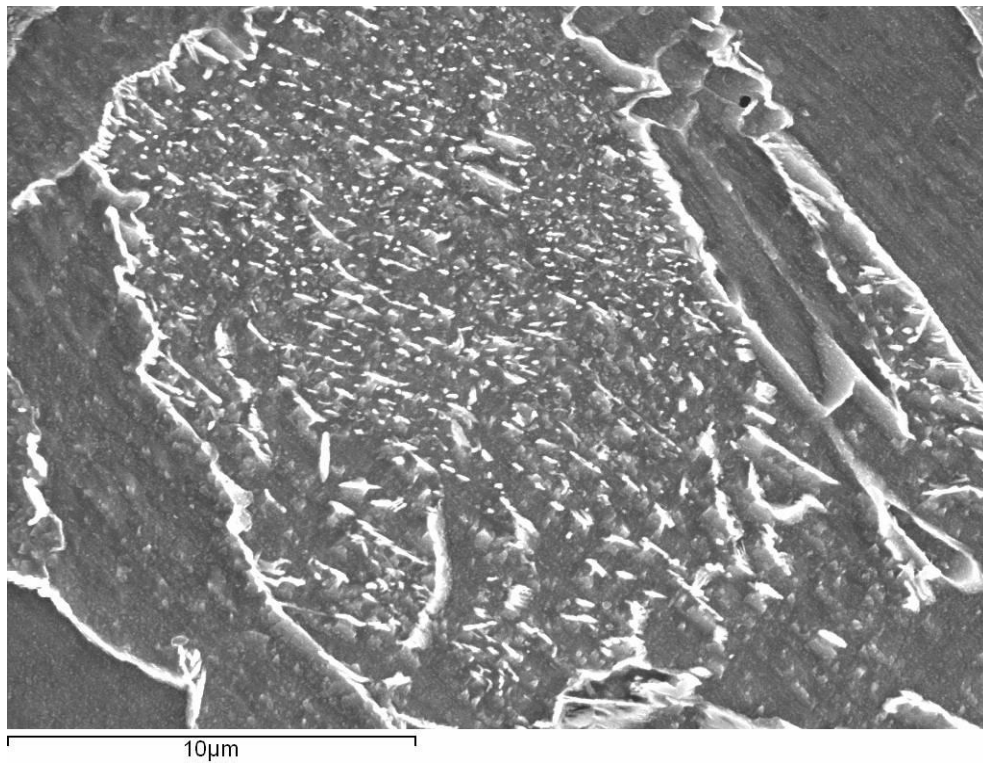




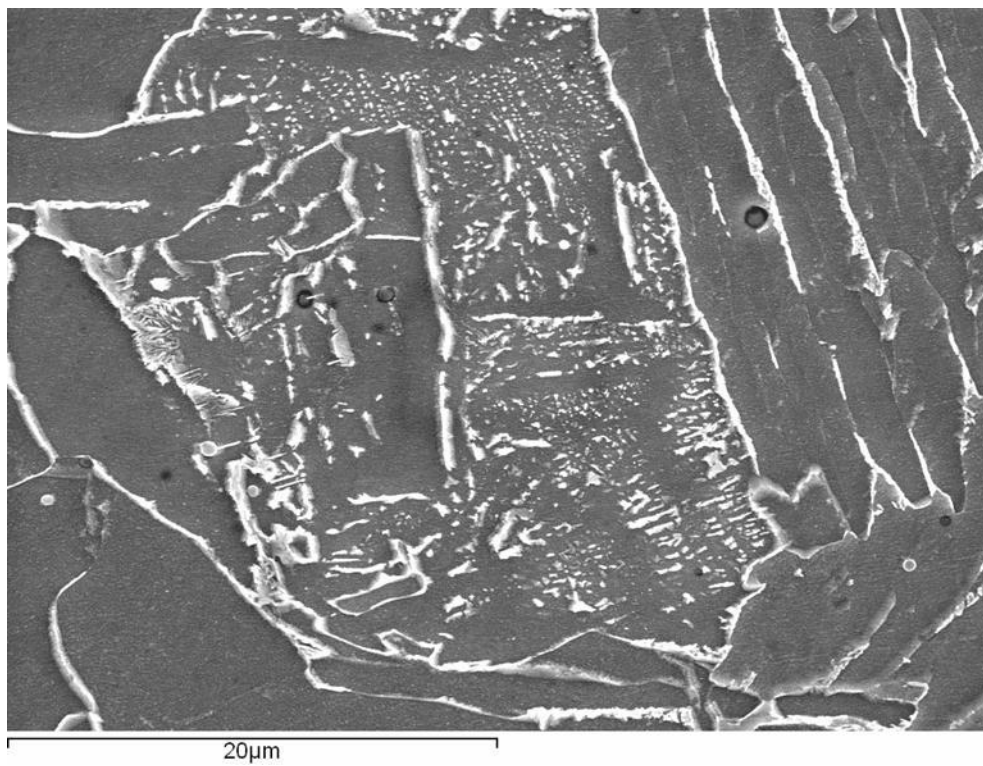
**Figura 150.** Imagen de MEB mostrando que a partir de las 1176 horas de calentamiento a 300° C las imágenes que se aprecian se parecen mucho a las observadas en las muestras arqueológicas estudiadas. Es evidente la masiva precipitación de los carburos de hierro, empezándose a distinguir el crecimiento a partir de los límites de grano y su orientación en estructura Windmanstätten.



**Figura 151.** Imagen de MEB mostrando en detalle la formación de los carburos de hierro.



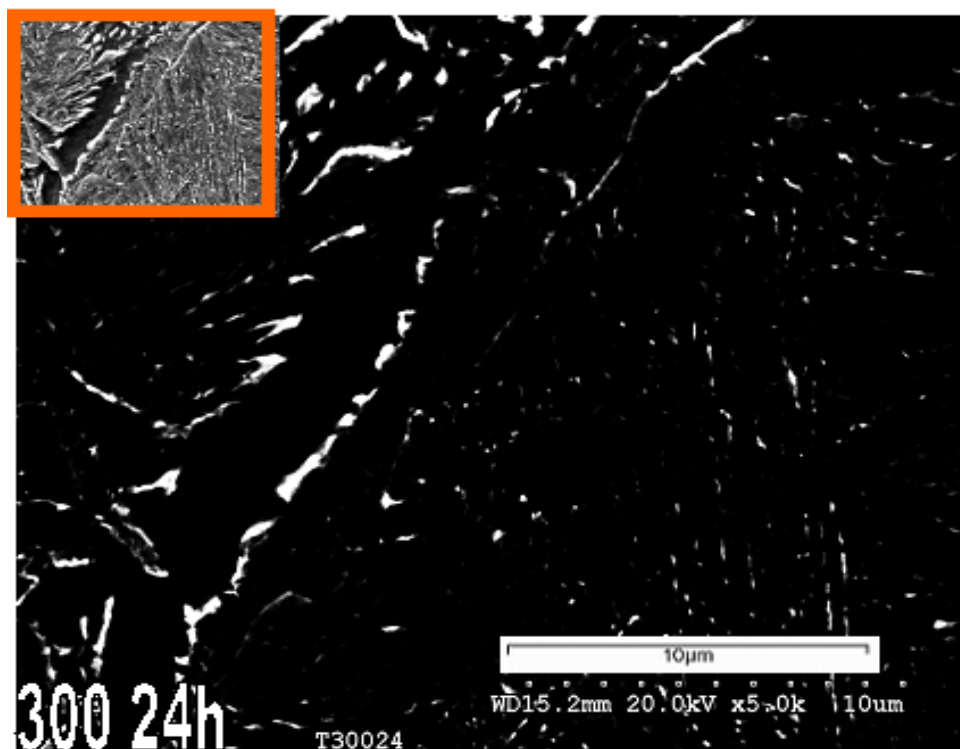
**Figura 152.** Imagen de MEB mostrando que a partir de las 6000 horas se distinguen claramente los granos ferríticos con los precipitados de carburo de hierro en su interior.



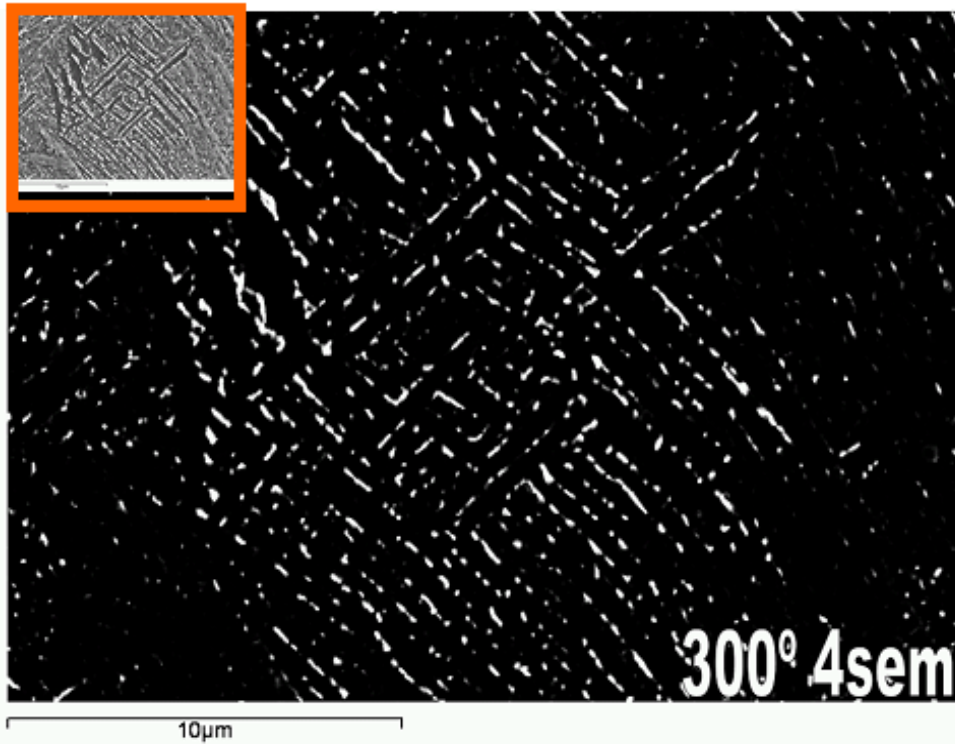
**Figura 153.** Imagen de MEB mostrando como a las 8000 horas de tratamiento el proceso continúa.



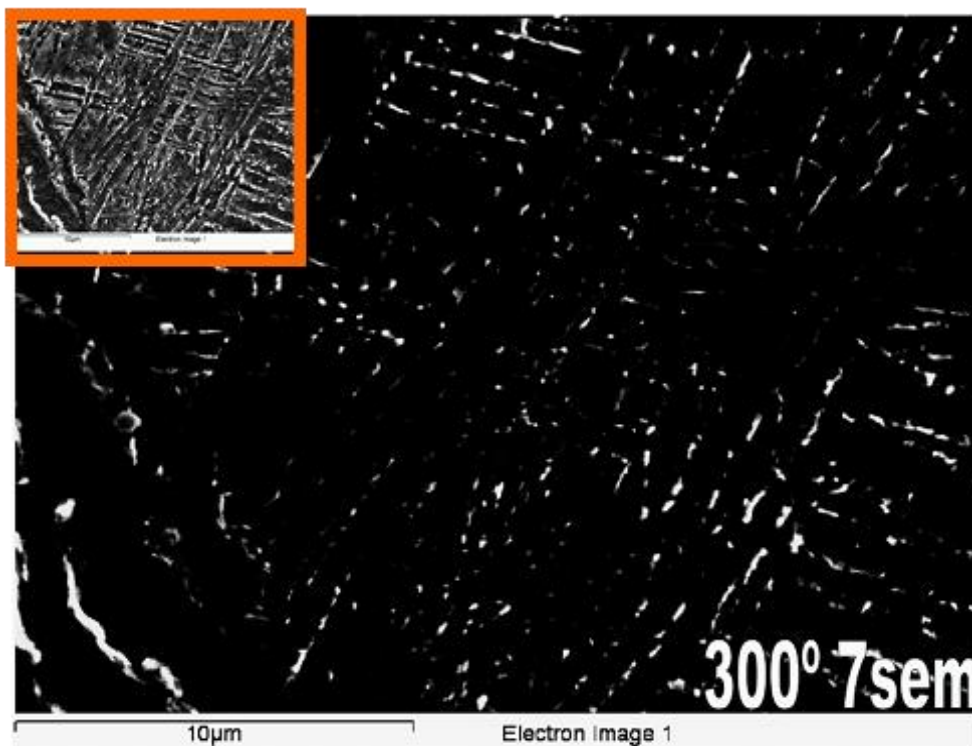
A continuación se presenta una secuencia de la evolución de estos precipitados de carburo de hierro en relación al tiempo de calentamiento trascurrido, comparándola con las microestructuras de la hebilla de placas de defensa de la necrópolis de Villanueva de Teba y la falcata del Museo Armería de Vitoria-Gasteiz. Las imágenes se han obtenido mediante Microscopía Electrónica de Barrido y se ha jugado con el brillo y el contraste de la imagen suministrada por los electrones secundarios para resaltar únicamente los carburos de hierro y también, de esta manera, poder cuantificar el crecimiento de los mismos para la posterior propuesta de modelo experimental de la nucleación y el crecimiento de estos precipitados. En los distintos ángulos de las micrografías aparece la imagen original y ocupando el resto de la superficie la imagen en la que se contrasta los carburos de hierro (Figuras 154 a 160).



**Figura 154.** Imagen de MEB mostrando la formación de los carburos de hierro con 24 horas de tratamiento térmico de envejecimiento artificial a 300° C.

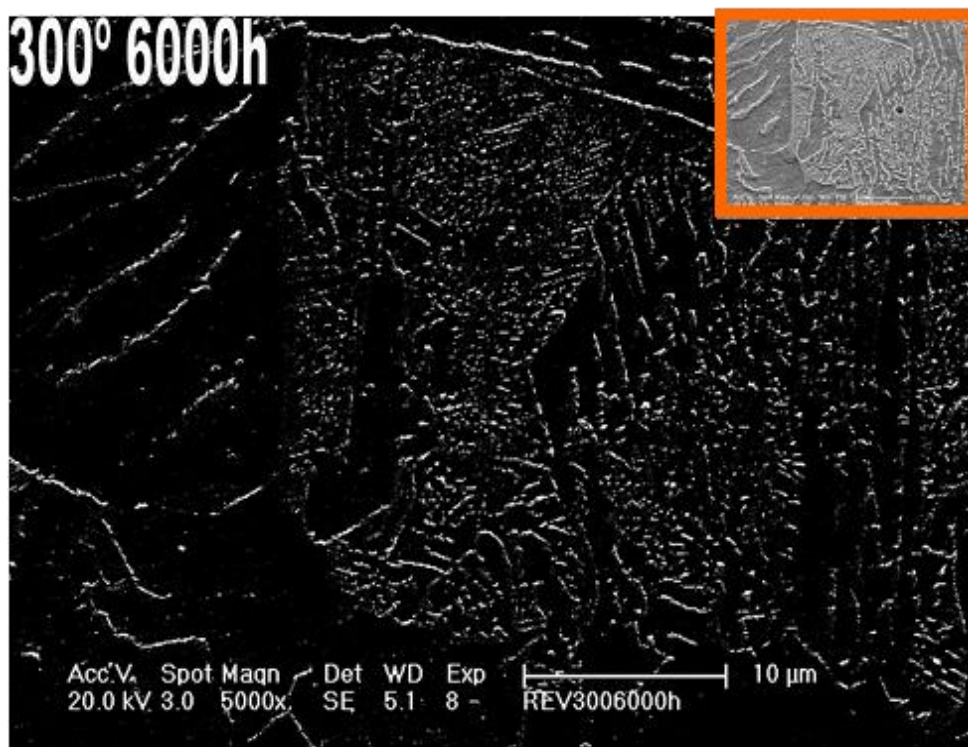


**Figura 155.** Imagen de MEB mostrando la formación de los carburos de hierro con 4 semanas de tratamiento térmico de envejecimiento artificial a 300° C.

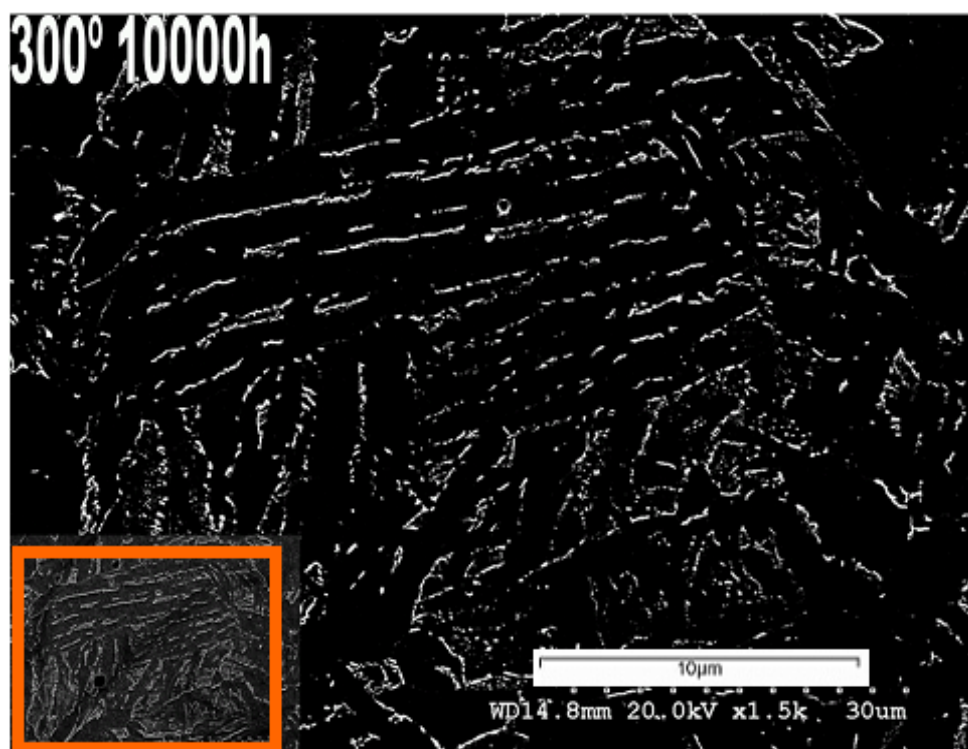


**Figura 156.** Imagen de MEB mostrando la formación de los carburos de hierro con 7 semanas de tratamiento térmico de envejecimiento artificial a 300° C.





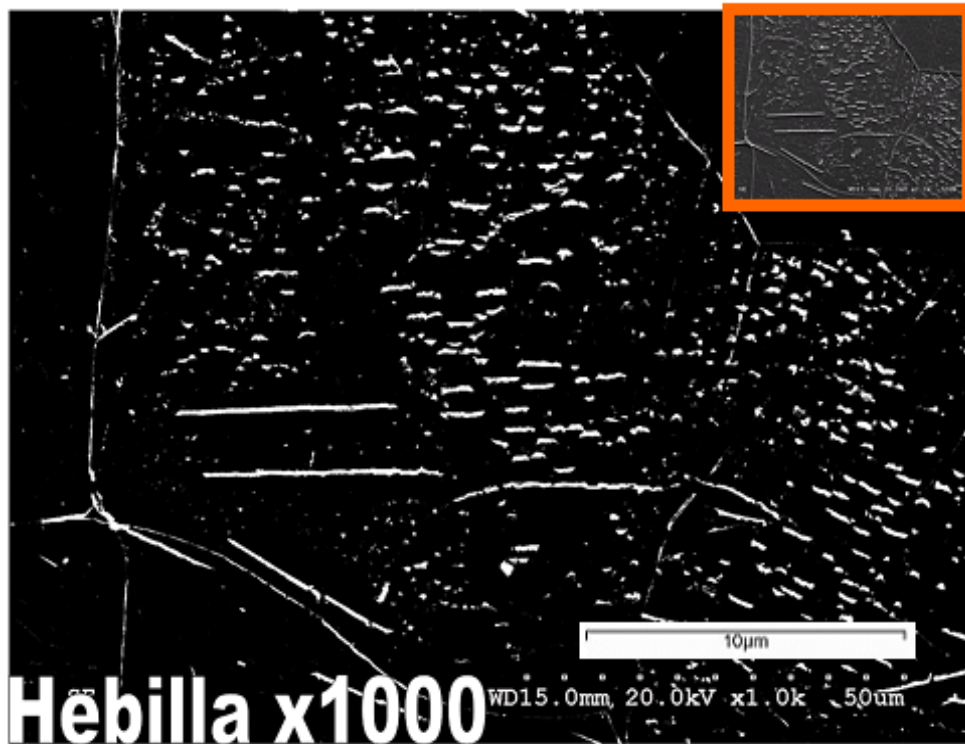
**Figura 157.** Imagen de MEB mostrando la formación de los carburos de hierro con 8000 horas de tratamiento térmico de envejecimiento artificial a 300° C.



**Figura 158.** Imagen de MEB mostrando la formación de los carburos de hierro con 10000 horas de tratamiento térmico de envejecimiento artificial a 300° C.



**Figura 159.** Imagen de MEB mostrando los carburos de hierro de la falcata con el fin de compararlos con los formados en las muestras experimentales.



**Figura 160.** Imagen de MEB mostrando los carburos de hierro de la hebilla con el fin de compararlos con los formados en las muestras experimentales.

A través de la reproducción experimental y observación de la evolución de las microestructuras de aceros sometidos a ritos de cremación se propone en el presente trabajo un modelo experimental para la cuantificación de la nucleación y crecimiento de los carburos de hierro en la matriz ferrítica. A continuación se exponen los pasos del modelo.

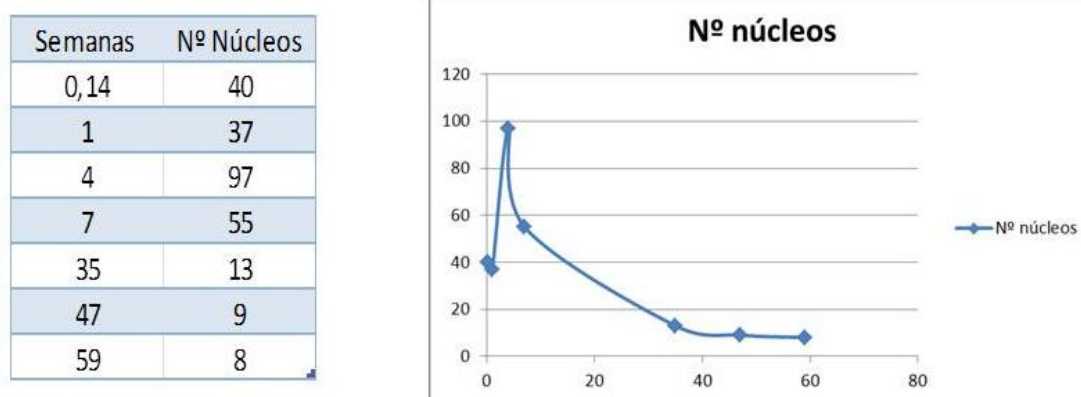
#### 4.4.1.1. Tratamiento térmico inicial

El acero AISI 1005 fue recocido a 1000° C durante una hora y, posteriormente, enfriado al aire. El tratamiento de envejecimiento natural de las piezas arqueológicas ha sido simulado, provocando calentamientos prolongados a 300° C y tiempos de entre unas horas y 10000 horas, para acelerar el proceso.

#### 4.4.1.2. Nucleación

El segundo paso de este modelo experimental consiste en el tratamiento de envejecimiento simulado o revenido, en el cual mediante el tratamiento térmico a 300° C, se favorece la difusión de átomos de carbono para la formación de los núcleos de los carburos. A las 24 horas ya se observa una cantidad apreciable de pequeños carburos: en un área de 10 micras cuadradas se forman 40 núcleos de un tamaño medio de 0,25 micras. Este precipitado aparece entre las agujas de ferrita metaestable, en especial asociadas al límite de grano. Este hecho se debe a que la nucleación es preferente en las zonas de más desorden atómico o alta energía (Porter y Easterling, 1981: 279-287; Calvo, *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23). La Figura 161 muestra la tabla y la gráfica en la que se constata la evolución del número de núcleos encontrados en un área de 10 micras cuadradas en función de las semanas de tratamiento térmico. Se aprecia que el valor máximo es a las 4 semanas, el cual decae hasta valores muy bajos, hasta los 8 o 9 núcleos, transcurridas más de 47 semanas. En la gráfica, el eje de

las ordenadas expresa el número de núcleos y el eje de las abscisas las semanas transcurridas.



**Figura 161.** Gráfica en la que se muestra en el eje de las ordenadas el número de núcleos formados y en el eje de las abscisas las semanas transcurridas (Fuente: A. Criado).

#### 4.4.1.3. Crecimiento

El tercer paso del modelo experimental que se propone consiste en aportar un número suficiente de horas a baja temperatura para que se produzca la segregación y difusión de todo el carbono retenido hasta alcanzar la estabilidad energética. Esto dará lugar al crecimiento de los núcleos de los carburos de hierro generados en el segundo paso, los cuales crecen en las posiciones situadas entre las agujas de ferrita producidas en el proceso de normalizado.

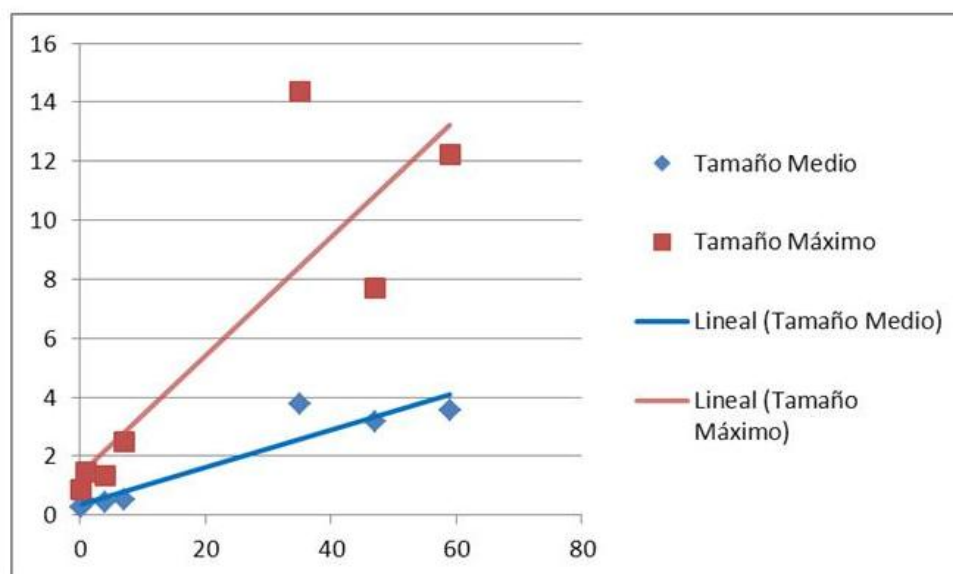
En las probetas de 7, 35, 47 y 59 semanas se aprecia como el tamaño de los carburos crece progresivamente en forma acicular o alargada, alineándose los núcleos entre sí para acabar dando lugar a las citados cristales. Este es un proceso normal de crecimiento en el cual es más favorable que las partículas pequeñas, con mayor inestabilidad energética (gran superficie por unidad de volumen), se disuelvan y se produzca una migración atómica hacia las grandes, debido a que así se reduce la energía de la interfase precipitado-matriz (Porter y Easterling, 1981: 279-287; Calvo *et al.*, 1985: 312-316;



Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23). Este hecho fuerza que a medida que crecen las agujas de cementita, decrece el número de núcleos. Por ello en las piezas arqueológicas y en las últimas etapas de la simulación se observa la ausencia de carburos pequeños en las inmediaciones de las agujas de mayor tamaño, lo que es coherente con el modelo de crecimiento propuesto.

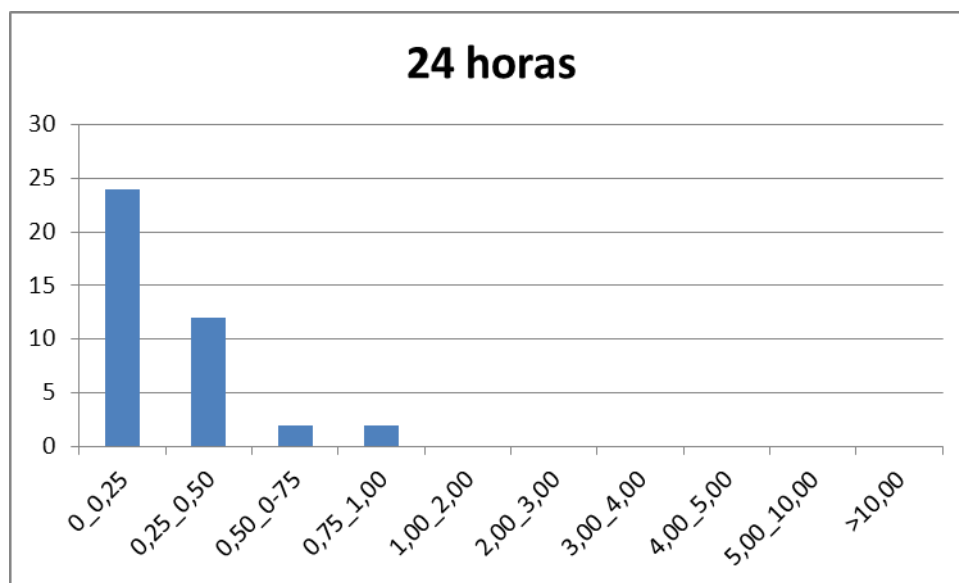
La Figura 162 muestra la tabla y la gráfica con el tamaño medio y máximo de los precipitados, expresado en micrómetros, en función del número de semanas de tratamiento. El eje de las ordenadas muestra el tamaño de los núcleos de los carburos y el eje de las abscisas el tiempo transcurrido en semanas.

Semanas	Tamaño Medio	Tamaño Máximo
0,14	0,25	0,86
1	0,46	1,46
4	0,42	1,34
7	0,53	2,48
35	3,79	14,38
47	3,17	7,72
59	3,54	12,23

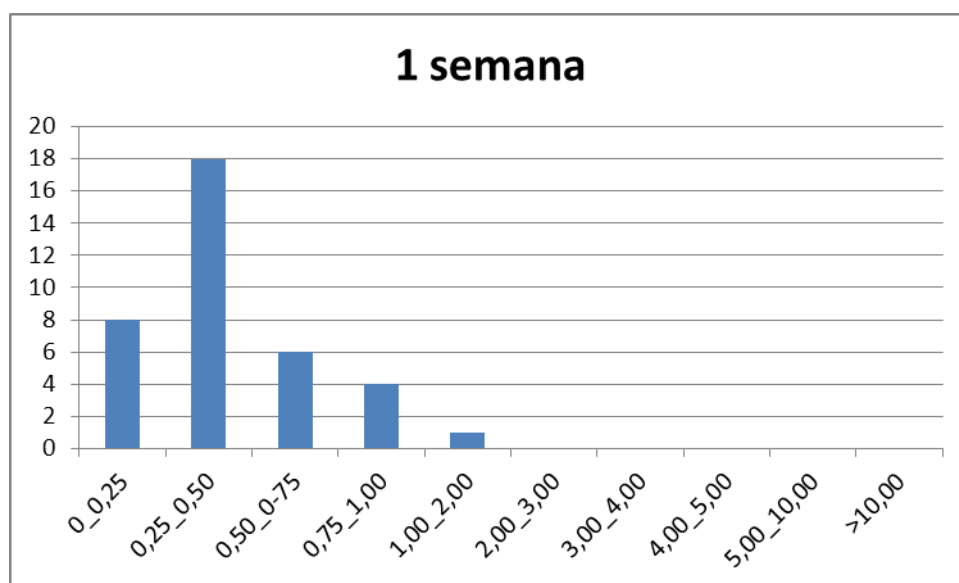


**Figura 162.** Tabla y gráfica con el tamaño medio y máximo de los precipitados, expresado en micrómetros, en función del número de semanas de tratamiento. El eje de las ordenadas muestra el tamaño de los núcleos de los carburos y el eje de las abscisas el tiempo transcurrido en semanas (Fuente: A. Criado).

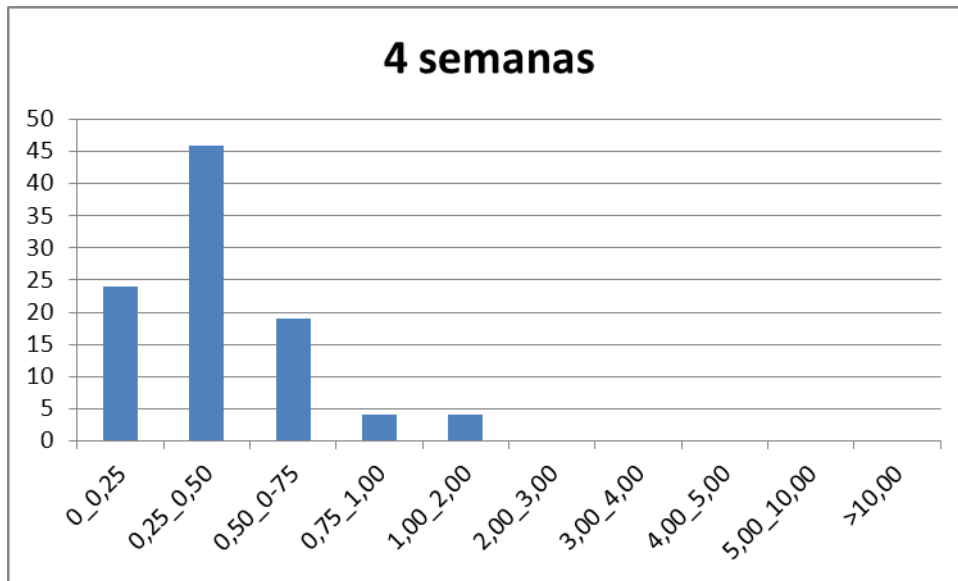
A continuación se muestra una serie de gráficas que representan el número de núcleos de carburos de hierro (eje de las ordenadas) y su distribución de tamaños (eje de las abscisas) para cada uno de los tiempos del tratamiento térmico experimental (Figuras 163 a 169).



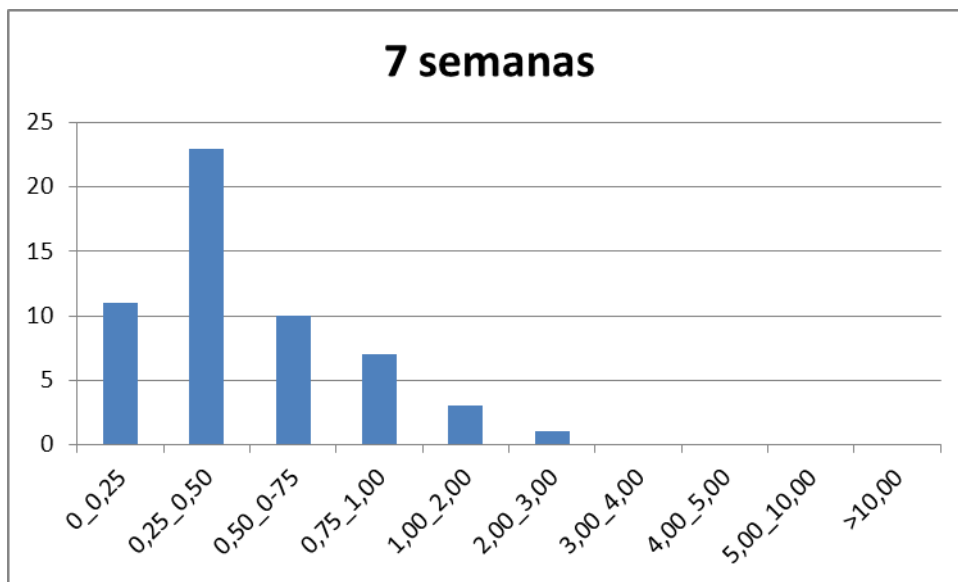
**Figura 163.** 24 horas: número de núcleos de carburos de hierro (eje de las ordenadas) y su distribución de tamaños (eje de las abscisas) (fuente: A. Criado).



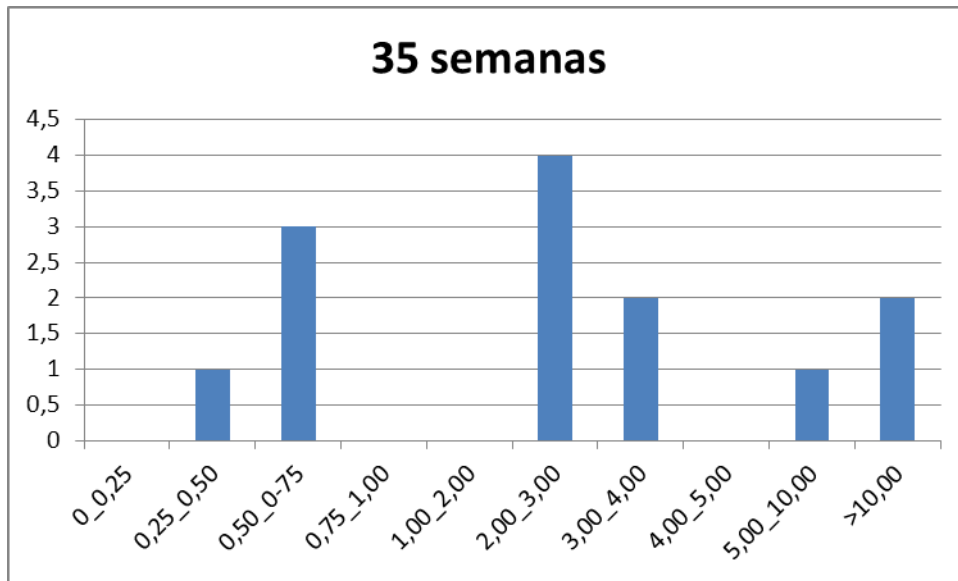
**Figura 164.** 1 semana: número de núcleos de carburos de hierro (eje de las ordenadas) y su distribución de tamaños (eje de las abscisas) (Fuente: A. Criado).



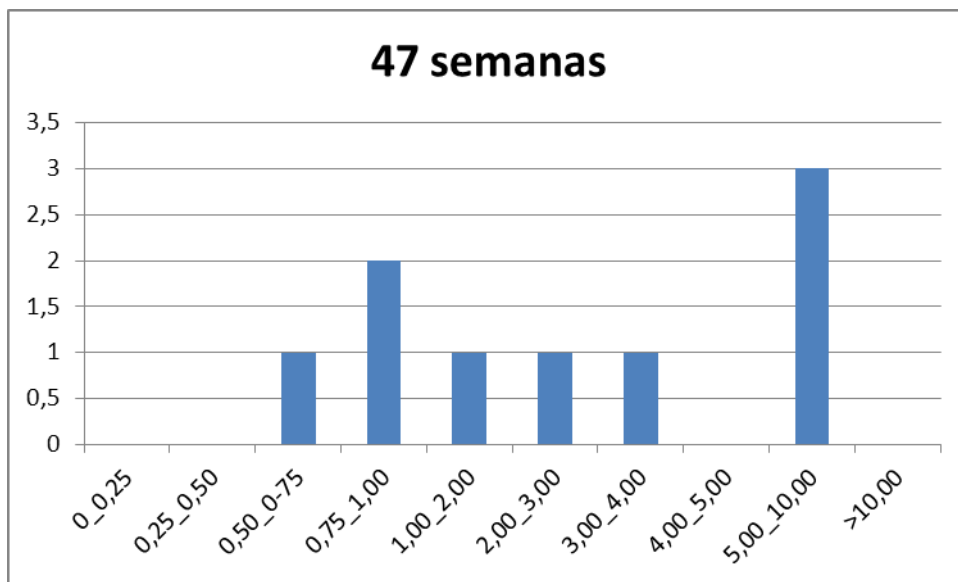
**Figura 165.** 4 semanas: número de núcleos de carburos de hierro (eje de las ordenadas) y su distribución de tamaños (eje de las abscisas) (Fuente: A. Criado).



**Figura 166.** 7 Semanas: número de núcleos de carburos de hierro (eje de las ordenadas) y su distribución de tamaños (eje de las abscisas) (Fuente: A. Criado).

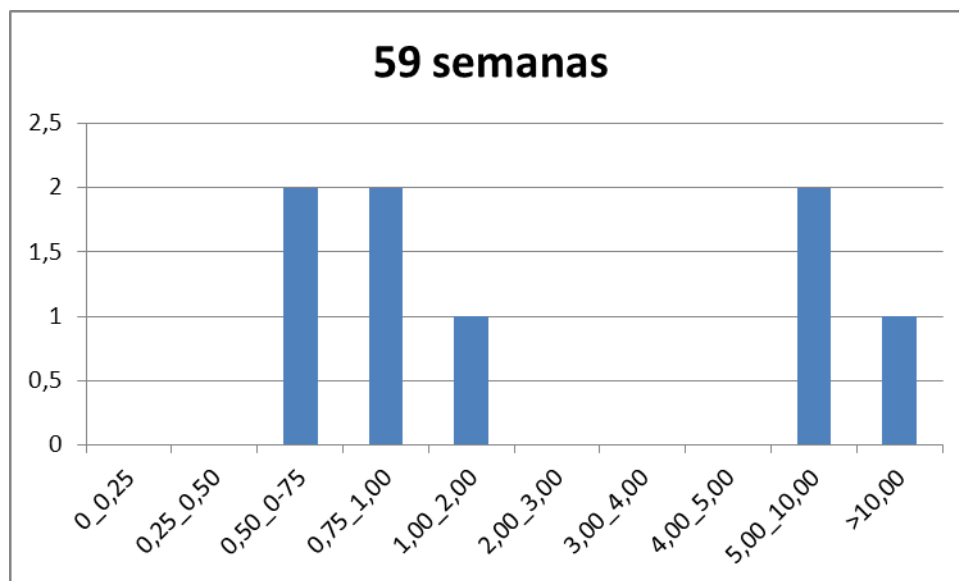


**Figura 167.** 35 semanas: número de núcleos de carburos de hierro (eje de las ordenadas) y su distribución de tamaños (eje de las abscisas) (Fuente: A. Criado).



**Figura 168.** 47 semanas: número de núcleos de carburos de hierro (eje de las ordenadas) y su distribución de tamaños (eje de las abscisas) (Fuente: A. Criado).

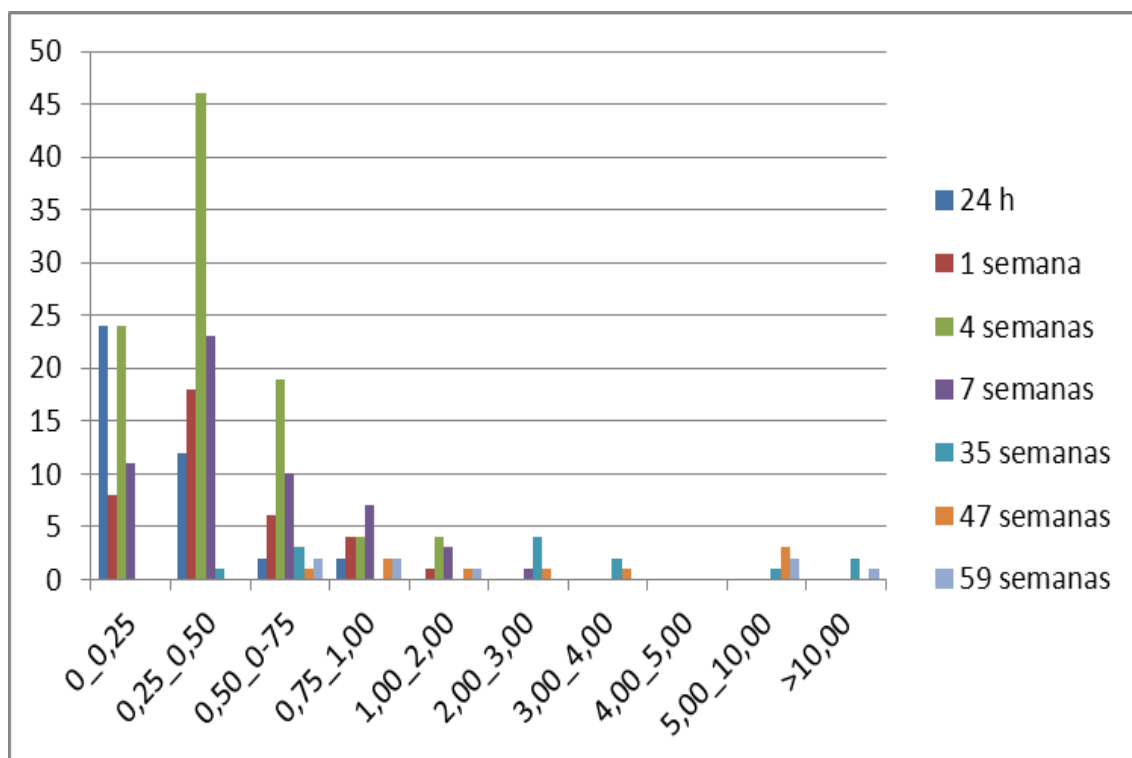




**Figura 169.** 59 semanas: número de núcleos de carburos de hierro (eje de las ordenadas) y su distribución de tamaños (eje de las abscisas) (Fuente: A. Criado).

En la Figura 170 se agrupan todos los resultados obtenidos para el número de carburos de hierro presentes y su distribución en tamaños en función del tiempo de tratamiento térmico experimental al que han sido sometidos (el eje de las ordenadas muestra el número de carburos y el eje de las abscisas las semanas de tratamiento transcurridas). Se observa como para un corto período de tiempo de revenido (24 horas) se produce el comienzo de la precipitación de los carburos, siendo de pequeño tamaño y disminuyendo progresivamente tanto en tamaño como en número. Para tiempos más prolongados la tendencia en la secuencia de precipitación es tal que se alcanza un máximo en la cantidad de carburos para un revenido de 4 semanas, disminuyendo notablemente la cantidad de carburos para los tiempos más largos. Sin embargo, a la vez que disminuye la cantidad de carburos presentes, el tamaño aumenta junto con la tendencia a la formación de los cristales prismáticos, por coalescencia de los pequeños núcleos formados inicialmente, orientándose en direcciones preferentes. Para los revenidos de mayor duración, prácticamente han desaparecido todos los carburos de tamaño inferior a 0,5 micras,

mientras que han aparecido precipitados aciculares de gran tamaño, superiores a las 10 micras.



**Figura 170.** Resultados obtenidos para el número de carburos de hierro presentes y su distribución en tamaños en función del tiempo de tratamiento térmico experimental al que han sido sometidos (el eje de las ordenadas muestra el número de carburos y el eje de las abscisas las semanas de tratamiento transcurridas) (Fuente: A. Criado).

#### 4.4.2. Reproducción experimental de las microestructuras del ciclo térmico de incendio

Son numerosos los yacimientos arqueológicos que presentan niveles de incendio, pero hasta ahora no se han estudiado las microestructuras internas de aceros pertenecientes a estos niveles. En todos los casos arqueológicos estudiados en el presente trabajo hemos observado estructuras de enfriamiento muy lento, después de haber alcanzado picos de temperatura que superaron o estuvieron cerca de la transformación eutectoide (Apraiz, 1968: 299-308).

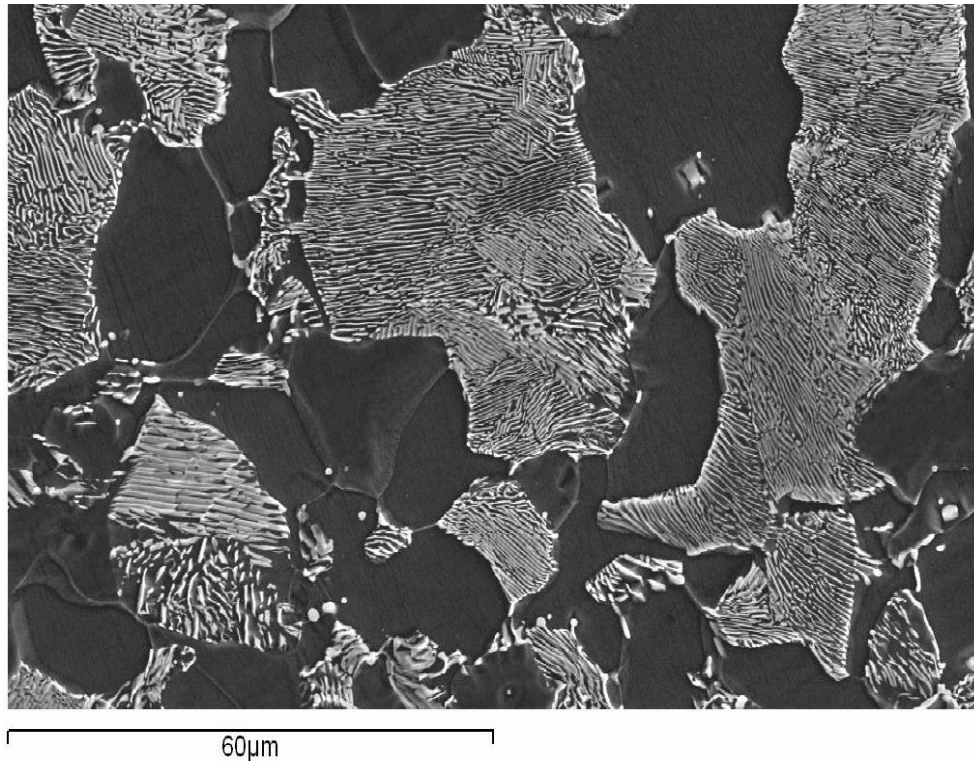
Este tipo de estructura se conoce como perlita o cementita globulizada y aparece en el enfriamiento lento desde la zona de la transformación eutectoide. Para obtener estructuras constituidas por

partículas esferoidales, como es nuestro caso, son necesarios calentamientos alrededor de la línea eutectoide (Apraiz, 1968: 299-308).

Como se afirmó en el apartado del método experimental, se han detectado dos tipos de rangos de temperaturas en las piezas arqueológicas objeto de incendio. Por ello se ha reproducido en laboratorio los dos tipos de tratamientos térmicos con el acero experimental AISI 1005 (0,06% máx. Carbono; 0,45% máx. Silicio; 0,35% máx. Manganeso; 0,04 máx. Fósforo; 0,05% máx. Azufre).

La Figura 171 muestra el acero en estado de recepción antes de aplicar dichos tratamientos: forjado en caliente y normalizado. Esto quiere decir que es el acero antes de sufrir el ciclo térmico del incendio, mostrando una matriz de granos ferríticos irregulares con sus correspondientes colonias perlíticas, como corresponde a un acero hipoeutectoide.

Como se observó en todas las muestras arqueológicas de incendio, existen dos etapas bien diferenciadas en la globulización de la cementita: la primera de escalonamiento en la que las láminas prismáticas de la cementita se segmentan o escalonan por aquellos puntos singulares de su superficie, como defectos de crecimiento o emergencia de dislocaciones, donde la energía libre es mayor y puede favorecer la disolución de una zona del cristal en la ferrita, ayudada también por el aumento de la solubilidad del carbono en la ferrita debido a la temperatura (0,008% de carbono en masa a temperatura ambiente frente al 0,032% de carbono en masa a 720° C) (Porter y Easterling, 1981: 279-287; Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23).



**Figura 171.** Imagen de MEB mostrando el acero en estado de recepción: forjado en caliente y normalizado.

Transcurrida esta etapa se produce la esferoidización y crecimiento de los cristales segmentados de cementita, produciéndose una competencia en el crecimiento de unos cristales frente a otros, creciendo los de mayor tamaño a costa de los más pequeños debido a las diferencias de energías libres en las interfases de las partículas y al igual que ocurría con los cristales de carburo de hierro (Porter y Easterling, 1981: 279-287; Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23).

La formación de cementita globulizada se da en todas las piezas, pero la distribución en la matriz ferrítica varía según la temperatura y el tiempo en las que se mantuvo la pieza. Por ello a continuación se exponen los resultados de los dos tratamientos térmicos que reproducen las transformaciones en las estructuras de incendio de las piezas arqueológicas.



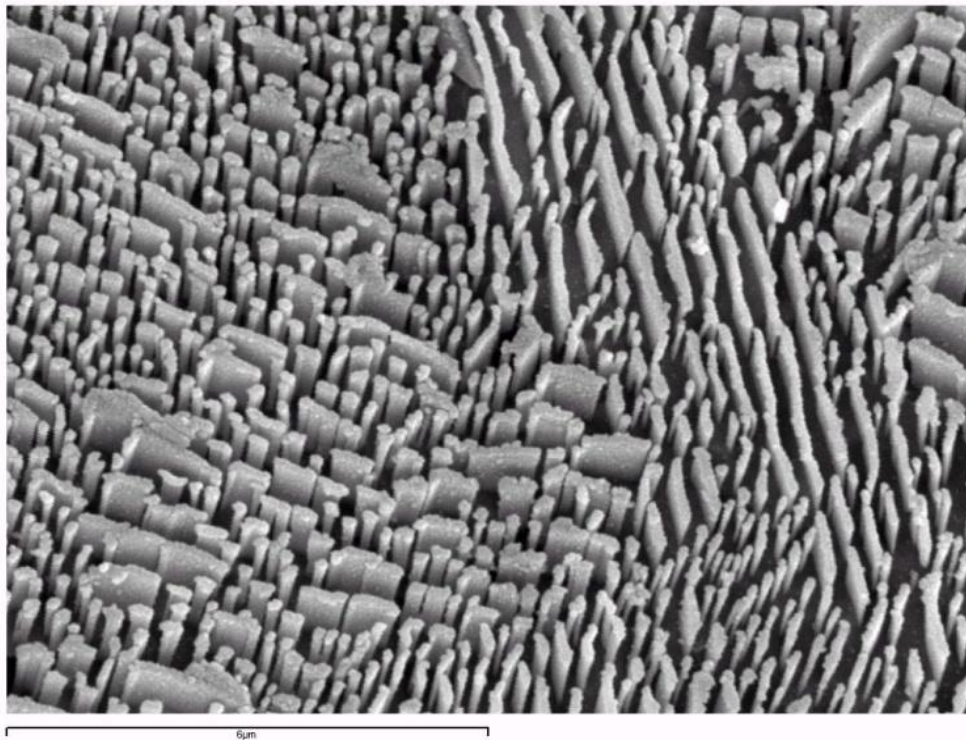
#### 4.4.2.1. Tratamiento térmico campo bifásico ferrita-austenita

Como se ha descrito, en este tratamiento se elevó la temperatura, hasta el campo bifásico ferrita-austenita, entre los 750° C y los 780° C, durante un período de tiempo entre los 10 y los 30 minutos.

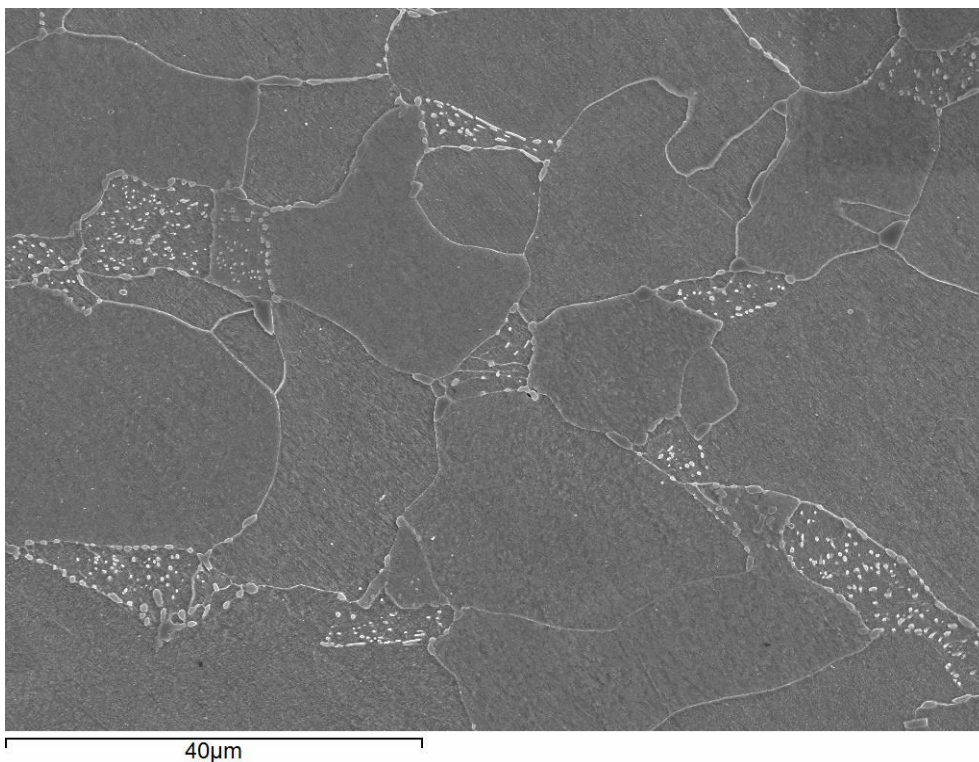
#### 4.4.2.2. Escalonamiento

Al elevar la temperatura hasta la línea eutectoide aumenta la solubilidad del carbono en la matriz ferrítica de las colonias perlíticas, pero al estar en el campo bifásico ferrita-austenita no difunde por todo el grano. Al enfriar lentamente comienza la primera fase previa a la globulización. En la Figura 172 se observa mediante Microscopía Electrónica de Barrido esta primera etapa de escalonamiento.

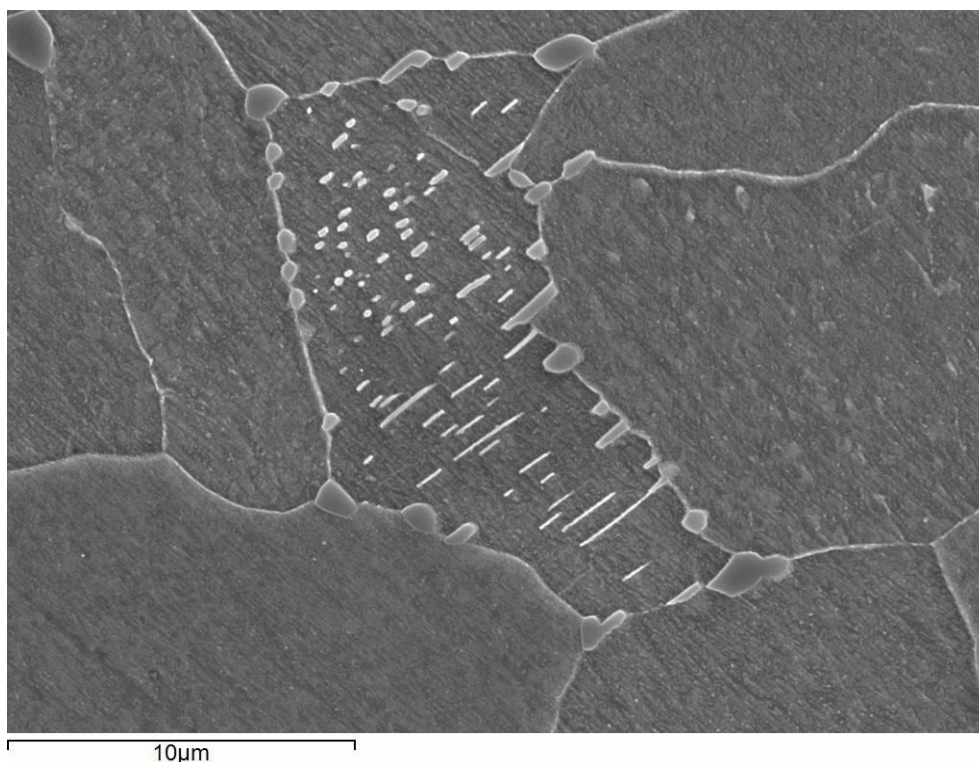
Una vez mantenida la temperatura en el campo bifásico ferrita-austenita, se inició una lenta bajada de temperatura con un gradiente térmico menor de 0,5° C por minuto. Al finalizar este descenso las imágenes de las microestructuras obtenidas son idénticas a las arqueológicas. La cementita globulizada aparece en la posición de las antiguas colonias perlíticas en los límites del grano ferrítico (Figura 173), debido a su estancia en el campo bifásico ferrita-austenita, en el cual la colonia perlítica se transforma a austenita y la ferrita no sufre ningún cambio. En la Figura 174 se puede observar una colonia en la cual se desarrollan las dos fases de la globulización: en algunas partes se observa todavía el escalonamiento con tendencia hacia la globulización y otras zonas la globulización está muy avanzada. Este fenómeno también es evidente en los límites de grano.



**Figura 172.** Imagen de MEB que muestra la primera etapa de escalonamiento de la cementita.



**Figura 173.** Imagen de MEB mostrando la cementita globulizada en la posición de las antiguas colonias perlíticas en los límites del grano ferrítico.

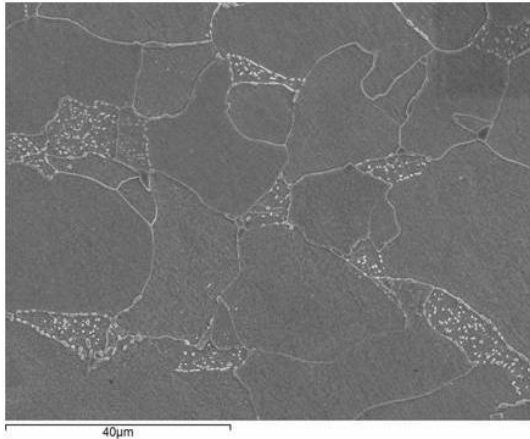


**Figura 174.** Imagen de MEB mostrando una colonia en la cual se desarrollan las dos fases de la globulización: en algunas partes se observa todavía el escalonamiento con tendencia hacia la globulización y otras zonas la globulización está muy avanzada.

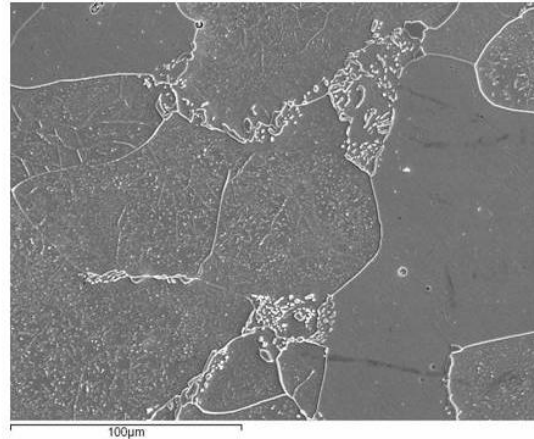
A continuación se muestra una serie de figuras, donde aparecen micrografías de la lanza de Numancia comparadas con las imágenes del acero experimental AISI 1005, para demostrar que se ha logrado reproducir las mismas estructuras que las encontradas en las muestras arqueológicas de incendio. En la Figura 175 se observa como las colonias de cementita globulizada aparecen, debido a su estancia en el campo bifásico austenita-ferrita, en las primitivas colonias perlíticas. En la Figura 176 se evidencia también una colonia en la que se están dando las dos fases de la globulización de la cementita, no sólo en las antiguas colonias perlíticas, sino también en el límite grano.



ACERO AISI 1005

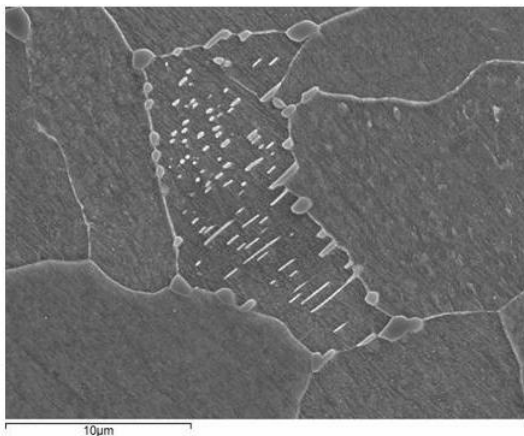


LANZA DE NUMANCIA

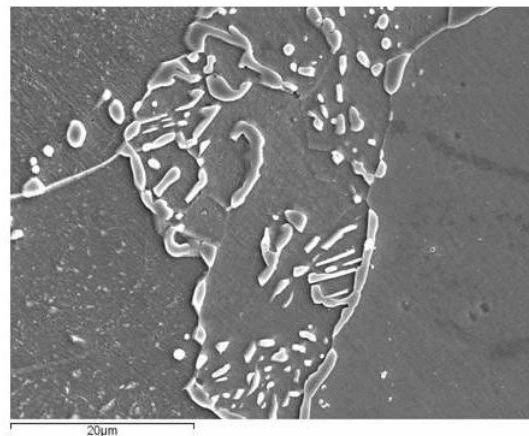


**Figura 175.** Imágenes de MEB donde se comparan las microestructuras entre el acero experimental AISI 1005 y la lanza de Numancia. Se observa como las colonias de cementita globulizada aparecen, debido a su estancia en el campo bifásico austenita-ferrita, en las primitivas colonias perlíticas.

ACERO AISI 1005



LANZA DE NUMANCIA



**Figura 176.** Imágenes de MEB donde se comparan dos primitivas colonias perlíticas del acero experimental AISI 1005 y la lanza de Numancia. En ambas se están dando las dos fases de la globulización de la cementita, no sólo en las antiguas colonias perlíticas, sino también en el límite grano.

#### 4.4.2.3. Globulización y crecimiento

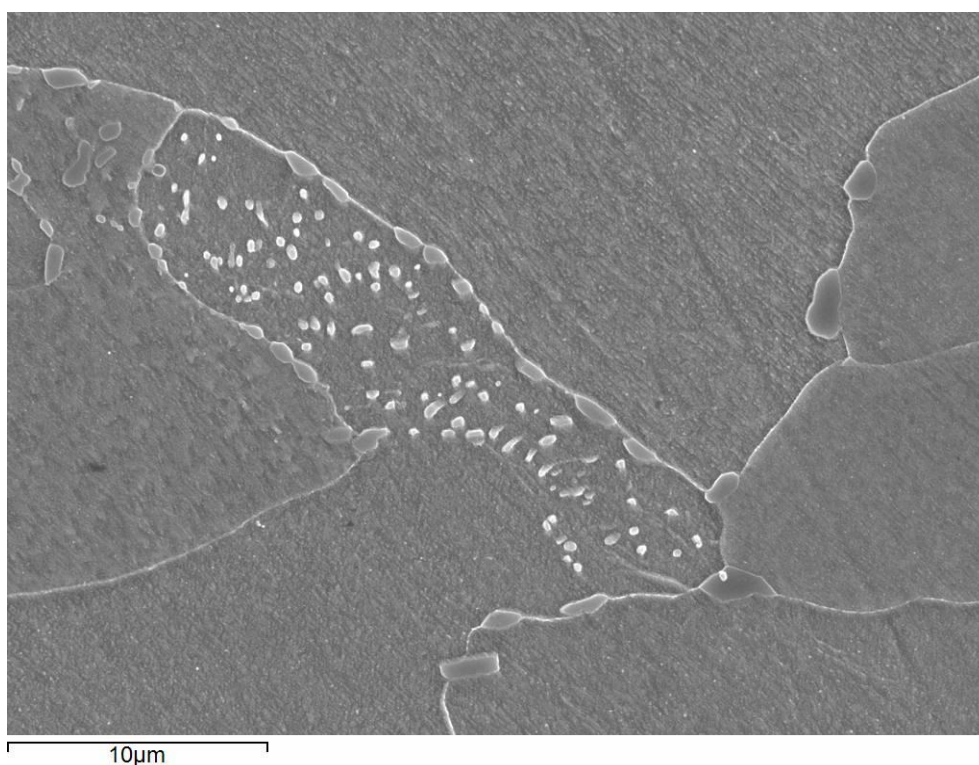
En esta última fase se produce la esferoidización y crecimiento de los cristales previamente segmentados. Se inicia una competencia entre los cristales más grandes y los más pequeños, creciendo los primeros en detrimento de los segundos debido, como se ha dicho en otras ocasiones, a las diferencias de energías libres en



las interfases de las partículas que favorecen a las partículas mayor tamaño (Porter y Easterling, 1981: 279-287; Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23).

La globulización de la cementita durante el enfriamiento lento, desde temperaturas superiores o cercanas al eutectoide, favorecen las morfologías globulares por ser las que presentan menor energía superficial, esto es, menor área superficial para un volumen dado (Taylor, 1976: 489-539). El crecimiento característico de un compuesto intermetálico, como es el caso, es de tipo planar, lo que lleva a morfologías poliédricas de alta esfericidad (Chadwick, 1972: 188-194).

La Figura 177 muestra una imagen de Microscopía Electrónica de Barrido del acero experimental, en la cual se observa una colonia con prácticamente toda la cementita globulizada, esto es, en su última fase de crecimiento.

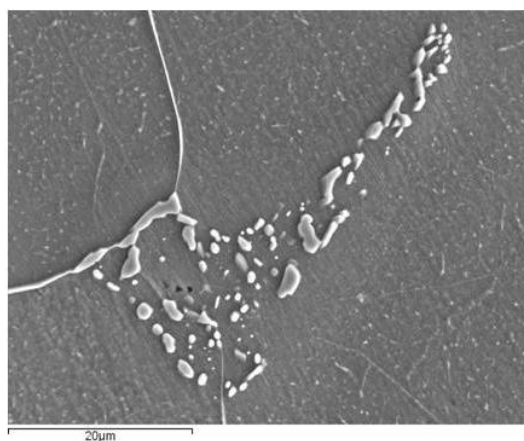
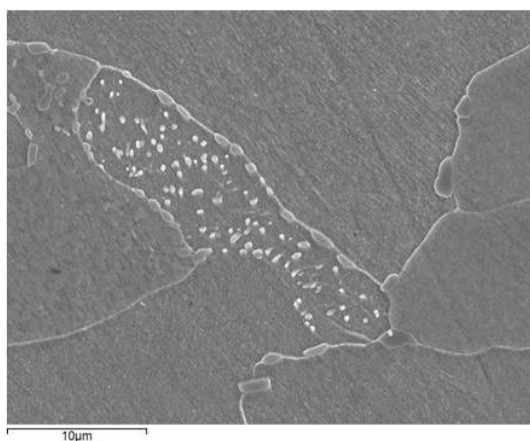


**Figura 177.** Imagen de MEB mostrando una colonia con prácticamente toda la cementita globulizada, esto es, en su última fase de crecimiento.

De nuevo, en la Figura 178, se comparan micrografías del acero experimental AISI 1005 y la lanza de Numancia en la cual se aprecia la reciprocidad en la formación de las colonias de cementita globulizada en las primitivas colonias perlíticas y en los límites de grano.

ACERO AISI 1005

LANZA DE NUMANCIA



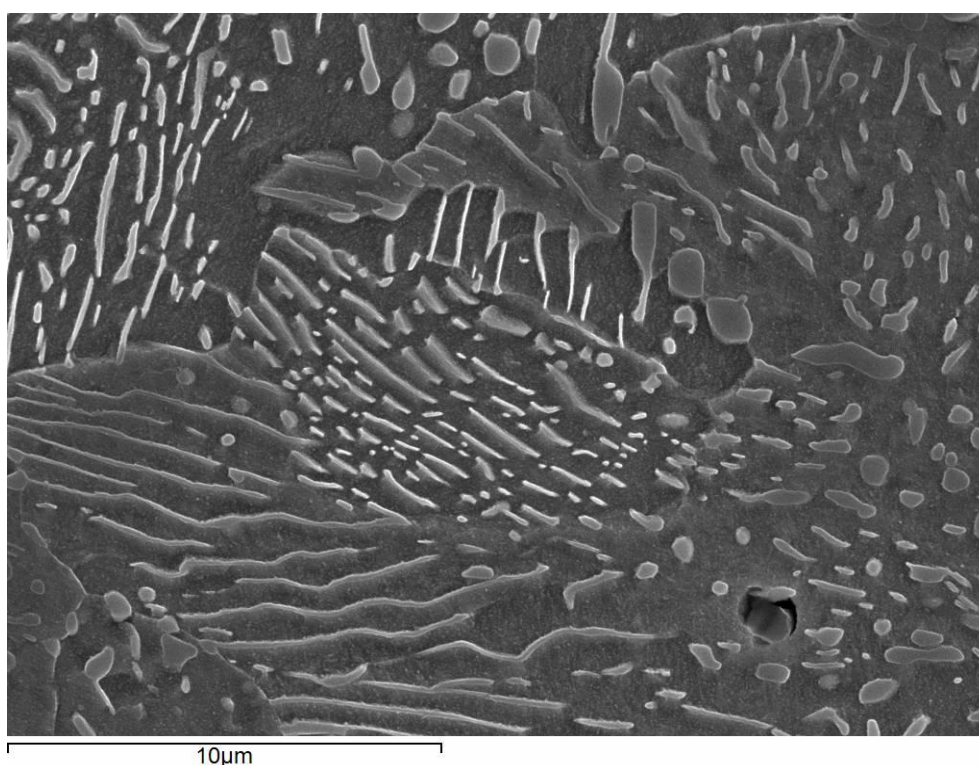
**Figura 178.** Imágenes de MEB mostrando micrografías del acero experimental AISI 1005 y la lanza de Numancia. Se aprecia nítidamente la reciprocidad en la formación de las colonias de cementita globulizada en las primitivas colonias perlíticas y en los límites de grano.

#### 4.4.2.4. Tratamiento térmico campo monofásico austenita

El segundo tratamiento consistió en elevar la temperatura hasta las 900° C entre 10 y 30 minutos, dejando enfriar de nuevo con un gradiente térmico inferior a los 0,5° C por minuto. En este caso la muestra se situó en el campo monofásico de la austenita, en el cual, en apenas 400 segundos de permanencia, se produce la homogeneización de todo el carbono en la matriz ferrítica (Calvo *et al.*, 1981: 1-61). De esta manera ya no se conserva claramente la geometría primitiva de las colonias perlíticas, apareciendo cementita globulizada difundida en la matriz ferrítica durante el enfriamiento.

#### 4.4.2.5. Escalonamiento

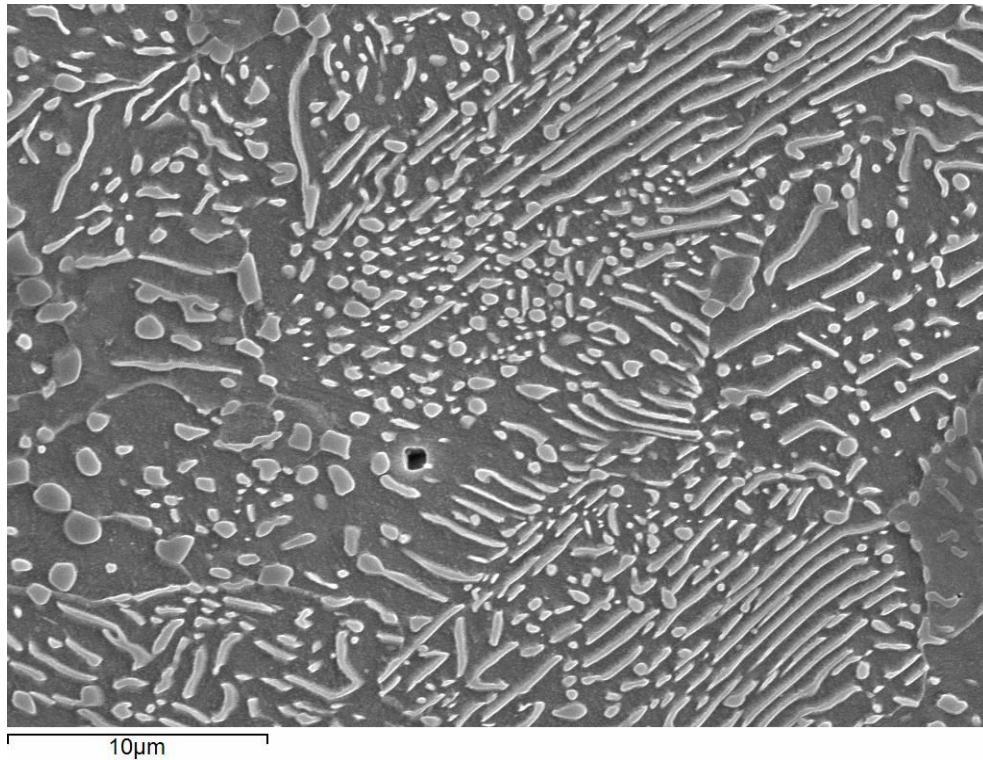
Al elevar la temperatura hasta los 900° C estamos en el campo monofásico de la austenita, donde todo el carbono se disuelve en la matriz ferrítica. Al terminar con el lento enfriamiento se detectan zonas donde la mayoría de la cementita está en el proceso de escalonamiento, como se muestra en la micrografía tomada por Microscopía Electrónica de Barrido de la Figura 179.



**Figura 179.** Imagen de MEB mostrando zonas donde la mayoría de la cementita está en el proceso de escalonamiento.

Al finalizar la experimentación las imágenes que se observan mediante Microscopía Electrónica de Barrido de las microestructuras obtenidas del acero experimental, son muy similares al de las muestras arqueológicas. La cementita globulizada aparece difundida por todo el grano ferrítico, debido a su estancia en el campo monofásico de la austenita, en el cual la colonia perlítica se transforma a austenita y se difunde por toda la matriz ferrítica. En la Figura 180 se puede observar como se desarrollan las dos fases de la

globulización ocupando toda la matriz: en algunas partes se observa todavía el escalonamiento con tendencia hacia la globulización y en otras zonas la globulización está muy avanzada.

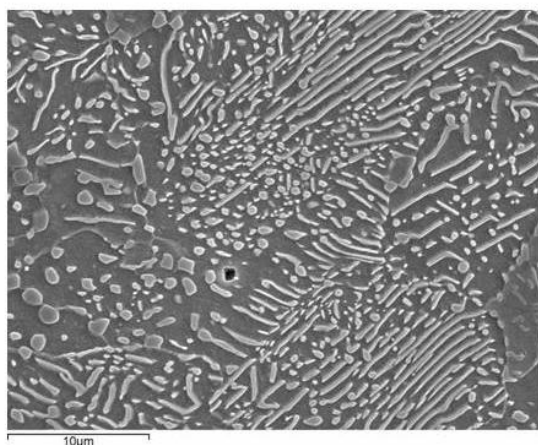


**Figura 180.** Imagen de MEB que muestra como se desarrollan las dos fases de la globulización ocupando toda la matriz: en algunas partes se observa todavía el escalonamiento con tendencia hacia la globulización y otras zonas la globulización está muy avanzada.

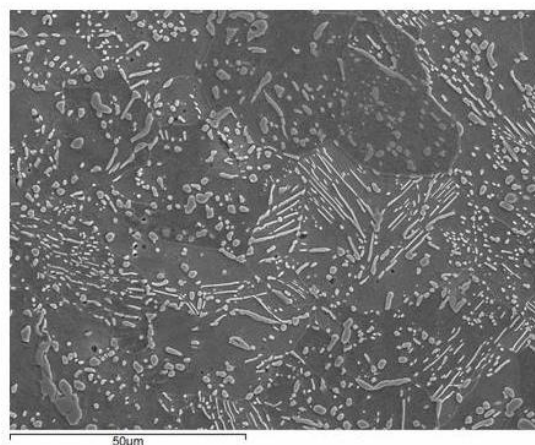
En la Figura 181 se muestra una comparación de microestructuras entre el acero experimental AISI 1005 y las de las tijeras de Numancia. Se trata de dos micrografías prácticamente idénticas en las cuales se observa la formación de la cementita globulizada en sus dos fases de desarrollo (escalonamiento y globulización y crecimiento) por toda la matriz ferrítica.



#### ACERO AISI 1005



#### TIJERAS DE NUMANCIA



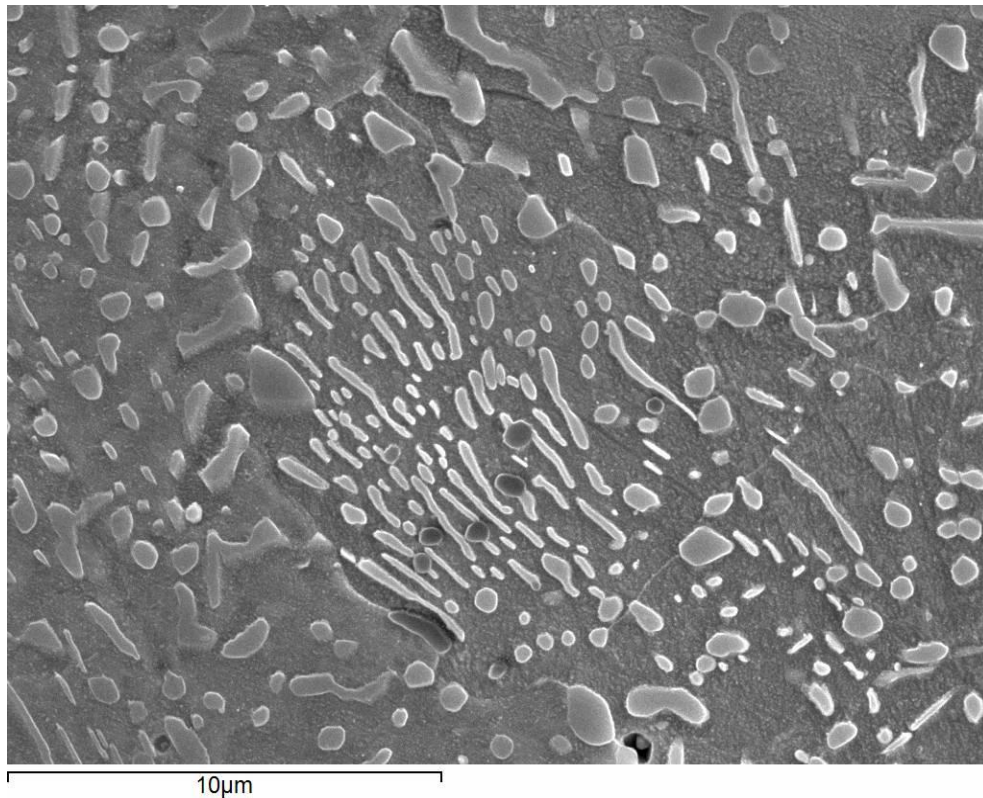
**Figura 181.** Imágenes de MEB mostrando una comparación de microestructuras entre el acero experimental AISI 1005 y las de las tijeras de Numancia. Se trata de dos micrografías prácticamente idénticas en las cuales se observa la difusión de la cementita globulizada en sus dos fases de formación (escalonamiento y globulización y crecimiento) por toda la matriz ferrítica.

#### 4.4.2.6. Globulización y crecimiento

En esta última fase, como en el caso anterior, se produce la esferoidización y crecimiento de los cristales previamente segmentados. Se inicia una competencia entre los cristales más grandes que crecen a costa de los más pequeños, esta vez por toda la matriz ferrítica, debido a las diferencias de energías libres en las interfases de las partículas (Porter y Easterling, 1981: 279-287; Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23).

La globulización de la cementita, debido al enfriamiento lento, favorece de nuevo las morfologías globulares por ser las que presentan menor energía superficial (Taylor, 1976: 489-539). De esta manera, como se ha enunciado anteriormente, el crecimiento característico de un compuesto intermetálico, como es el caso, es de tipo planar, lo que nos lleva a morfologías de alta esfericidad (Chadwick, 1972: 188-194).

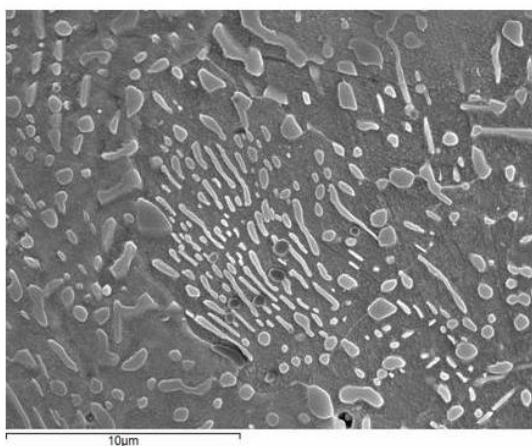
La Figura 182 muestra una imagen de Microscopía Electrónica de Barrido del acero experimental AISI 1005, en la cual se observa la cementita globulizada precipitada en la matriz ferrítica, con algunos lugares en donde el escalonamiento empieza a globulizar.



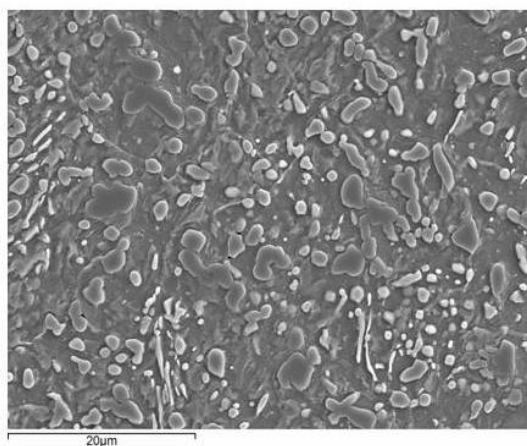
**Figura 182.** Imagen de MEB mostrando la cementita globulizada precipitada en la matriz ferrítica, con algunos lugares en donde el escalonamiento empieza a globular.

La Figura 183 compara las microestructuras de la cementita globulizada, creciendo en la matriz ferrítica, del acero experimental AISI 1005 y de las tijeras de Numancia.

**ACERO AISI 1005**



**TIJERAS DE NUMANCIA**



**Figura 183.** Imágenes de MEB mostrando una comparación de microestructuras entre el acero experimental AISI 1005 y las de las tijeras de Numancia. Se observa la cementita globulizada creciendo en la matriz ferrítica del acero experimental y de las tijeras de Numancia.





## 5. Discusión de resultados

---



### **5.1. Discusión de resultados: aceros incinerados**

De la observación y resultados de las piezas estudiadas en el presente trabajo, cuya muestra es amplia, y de los estudios de la literatura internacional relacionada con el mundo de los aceros incinerados en ritos funerarios de cremación, se puede afirmar que la aparición de carburos de hierro idiomórficos con estructura Windmanstätten, precipitados en la matriz de granos ferríticos, son un vector afirmativo de la incineración de esas piezas junto al cadáver en el rito.

La naturaleza de estos carburos ha sido puesta en cuestión algunas veces por autores que aseguran que se trata de nitruros de hierro idiomórficos, aunque estos mismos no han hecho ningún estudio analítico para comprobar su hipótesis (Broker *et al.*, 1957: 205-215; Piaskowski, 1961: 263-282). Por el contrario, todos aquellos que los han analizado, han llegado a la misma conclusión que en el presente trabajo (Shugar y Norris, 2003: 109-118; Liu *et al.*, 1984: 261-264). En este caso se ha utilizado la Microsonda Electrónica que los ha identificado con gran seguridad como carburos de hierro, sin detectar en ningún lugar la presencia de nitrógeno, procedente de la combustión de los tejidos humanos.

La nitruración es un proceso industrial de gran importancia en la actualidad, sobre todo para nitrurar piezas que deben resistir el desgaste: aceros de herramientas, ejes de motores, rodamientos, piñones de transmisión, etc. La máxima profundidad de capa de nitruración suele rondar los 0,2 milímetros. Hay que pensar que para que el nitrógeno alcance una profundidad de 1 mm, se necesitan 100 horas de tratamiento a temperaturas alrededor de los 500° C, quedando muy lejos de los hechos observados en las piezas arqueológicas (Ferrer y Amigó, 2003: 493-501).

Mediante el estudio, interpretación y reproducción experimental, se ha podido conocer que las temperaturas que estos aceros deben alcanzar en su calentamiento para obtener una estructura de ferrita acicular evidente, deben sobrepasar los 950° C, pudiéndose alcanzar y superar los 1000° C. Esta estructura, en los aceros al carbono actuales, se produce en bruto de colada, o sea, durante el enfriamiento de los lingotes de acero que provienen del acero en estado líquido a la salida del horno o del convertidor (Vander Voort, 2004: 1443-1444).

Las temperaturas propuestas en este trabajo, tras la investigación llevada a cabo, no difieren mucho de las propuestas por la literatura especializada (Wells, 1960: 29-37; McKlinley, 1997: 129-145; Rovira y Montero, 2002; Enzo *et al.*, 2007: 1731-1737), que basa sus afirmaciones en la cristalinidad y/o color de los huesos o por el color de las cerámicas o por el poder calorífico de ciertas maderas. Por tanto la presente investigación corrobora estos datos, quizás con una ligera tendencia al alza, ya que las piezas metálicas son más conductoras del calor y lo adquieren con mayor facilidad.

Existen estudios rigurosos que han abordado el tema de la temperatura alcanzada por el cadáver en una pira funeraria (Wells, 1960: 29-37), incluso se han hecho estudios del uso de huesos de animales como combustible en el Paleolítico Medio y Superior y la temperatura que se alcanzaba en estos hogares (Yravedra *et al.*, 2005: 369-383). Así mismo algunos autores han publicado experiencias sobre simulaciones con piras funerarias reales y han medido, mediante termopares, las temperaturas alcanzadas en diferentes lugares de la pira (McKinley, 1997: 129-145).

De estos trabajos y la experiencia estudiada en laboratorio se deduce que la temperatura alcanzada por el cadáver en su combustión, es menor que en otros lugares de la pira o en materiales



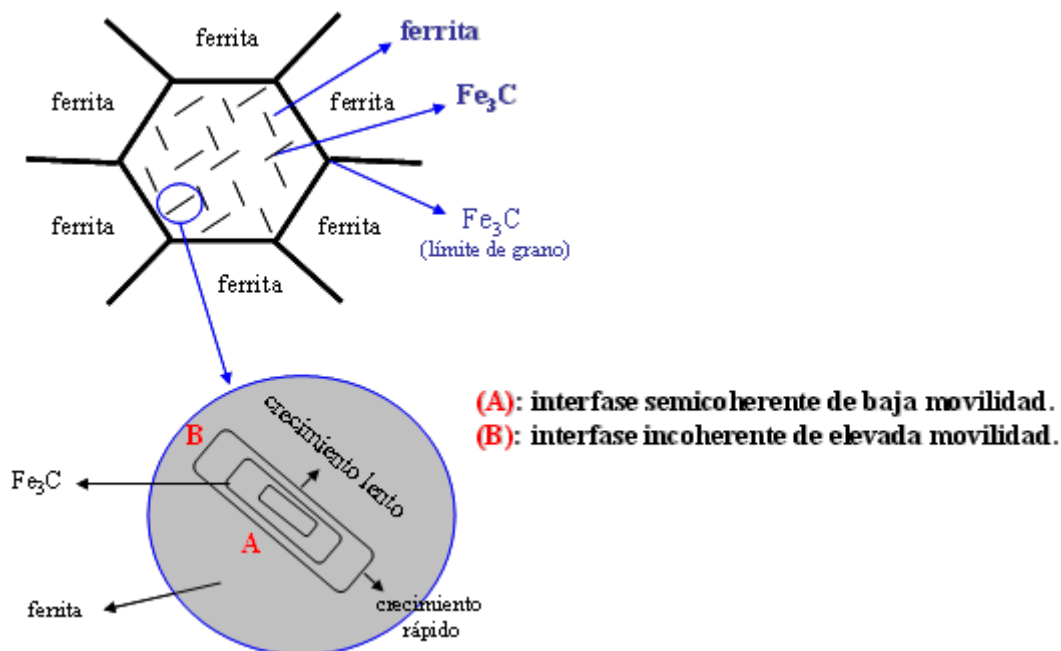
suntuarios que acompañaban a dicho cadáver. Incluso no todas las partes del cuerpo humano alcanzan la misma temperatura, ya que hay partes de éste que son plenamente combustibles, como las grasas y los elementos óseos esponjosos, epifisarios y axiales (Wells, 1960: 29-37; Yravedra *et al.*, 2005: 369-383). En cambio podemos afirmar rotundamente que los objetos del ajuar metálicos son los que alcanzan la máxima temperatura producida en la pira funeraria. Esto quiere decir que son los elementos metálicos más conductores el auténtico testigo de la temperatura de la pira funeraria, y no los huesos calcinados, como se ha señalado anteriormente (Walker y Miller, 2005: 222-233; Enzo *et al.*, 2007: 1731-1737).

Es necesario también dejar claro que el poder calorífico de muchas maderas es muy elevado, sobre todo aquellas que son duras, compactas y resinosas, como el carpe, el arce, el roble, la haya, el pino, etc., que superan en poder calorífico a la turba. Se han encontrado bronce de bajo contenido en estaño que estaban fundidos después de la cremación, lo que significa que se superaron los 1000° C, como por ejemplo en la necrópolis de La Hoya (Alonso *et al.*, 1999: 38-81). De esta manera las piras realizadas con este tipo de maderas podían alcanzar temperaturas muy superiores a los 1000° C, lo que estaría en concordancia con las adecuadas para obtener los vectores metalúrgicos de la investigación, como son los carburos de hierro idiomórficos precipitados en la matriz ferrítica y en estructura Windmanstätten.

Para que se produzcan estos cristales aciculares a partir de la austenita, el grado de subenfriamiento debe ser muy elevado y esto sólo se consigue si el enfriamiento se realiza desde una temperatura muy alta, como en los aceros en bruto de colada (Vander Voort, 2004: 1443-1444), o bien templando, es decir que la pira se apague con agua u otro tipo de líquido. En todo caso la ferrita queda saturada en carbono.



1981: 279-287; Chadwick, 1972: 188-194). La Figura 185 muestra el esquema del proceso de la precipitación de los carburos de hierro en los planos más favorables de la ferrita.



**Figura 185.** Esquema del proceso de precipitación de los carburos de hierro en los planos más favorables de la ferrita (Fuente: A. Criado).

La velocidad de crecimiento depende del tiempo y de una constante  $K$ , que engloba el factor difusión, la energía interfacial y la concentración en el equilibrio (Porter y Easterling, 1981: 279-287). La fórmula que determina la velocidad de crecimiento es la siguiente:

$$(r)^3 - (r_0)^3 = k t \text{ donde } k = D \gamma x_e$$

Donde:

$r$  : radio medio de las partículas de carburo de hierro.

$r_0$  : radio crítico de las partículas de carburo de hierro.

$t$  : tiempo transcurrido.

$(r)^3 - (r_0)^3$  : aumento con el tiempo ( $t$ ) del radio ( $r$ ) de las partículas.

$$t = (r)^3 - (r_0)^3 / D \gamma x_e$$

Donde:

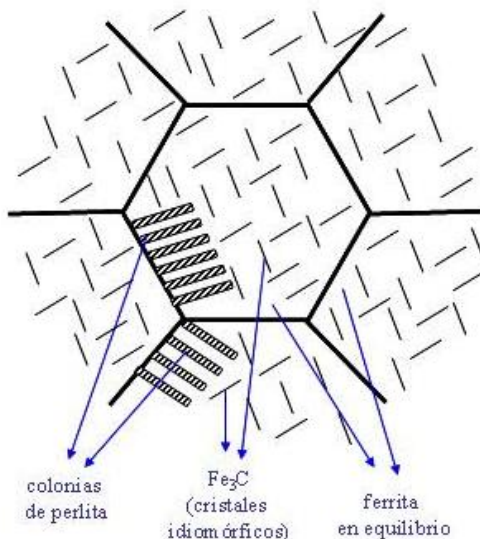
**D** : coeficiente de difusión del carbono en ferrita.

**$\gamma$**  : energía interfacial entre ferrita y cementita ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ).

**$x_e$**  : concentración en el equilibrio.

Estos factores a temperatura ambiente son poco favorables, por lo que el proceso se hace muy lento y es necesario el paso de miles de años para que se complete, como se ha observado en las micrografías de las muestras arqueológicas incineradas. La Figura 186 muestra esquemáticamente el resultado final del envejecimiento natural de piezas arqueológicas incineradas.

**PROCESO DE INCINERACIÓN (cremación):  
Resultado final del envejecimiento natural  
(después de 2300 años)**



En aceros suaves, aproximadamente 0'15%C en masa, es posible la precipitación de perlita y ferrita sobresaturada en carbono.

El resultado final del proceso de envejecimiento es la convivencia simultánea de colonias de perlita, ferrita en equilibrio y carburos de hierro idiomórficos con estructura Widmanstätten.

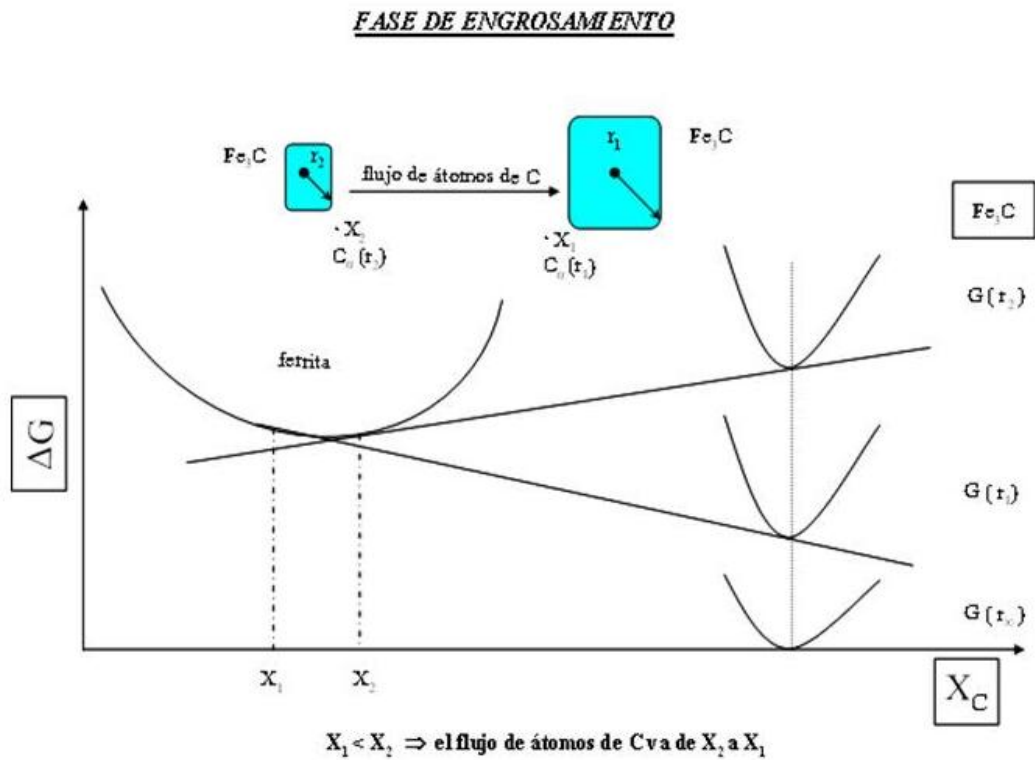
**Figura 186.** Esquema del resultado final del envejecimiento natural de piezas arqueológicas incineradas (Fuente: A. Criado).



En la simulación ha sido necesario calentar a 300° C para favorecer esos factores que conforman  $K$ , sobre todo el factor difusión. Pero también se ha estado limitado ya que a temperaturas más altas, que favorecerían aún más la difusión, hubieran hecho que el idiomorfismo y cristalinidad de los carburos de hierro hubiera dejado paso a la globulización de éstos, debido a que es la morfología más estable para la cementita a altas temperaturas, como se ha podido comprobar con las muestras arqueológicas de niveles de incendio.

Como se ha visto en el estudio cuantitativo de tamaño y número de carburos de hierro en relación al tiempo, una vez formados los núcleos de carburo de hierro, comienza una competencia entre ellos. Los más grandes se desarrollan más, a costa del decrecimiento de los más pequeños, llegando finalmente a un equilibrio en el que la mayoría de ellos tienen el mismo tamaño, a excepción de algunos pequeños en estado de desaparición y otros muy grandes y por tanto muy estables. La Figura 187 muestra el esquema de la fase de engrosamiento de los carburos de hierro con el flujo de átomos de carbono.

Finalmente el proceso de simulación se podría extender más en el tiempo, pero existe riesgo de globulización ya que, aunque la temperatura de calentamiento es tan solo de 300° C, el factor tiempo corre en contra, provocando lentamente la globulización de los cristales idiomórficos de carburo de hierro. De todas formas, tras el recuento de cristales y la valoración de sus tamaños, parece que con esas 10000 horas se ha llegado a valores concordantes con los observados en las piezas arqueológicas.



**Figura 187.** Esquema de la fase de engrosamiento de los carburos de hierro con el flujo de átomos de carbono (Fuente: A. Criado).

## 5.2. Discusión de resultados: aceros de niveles de incendio

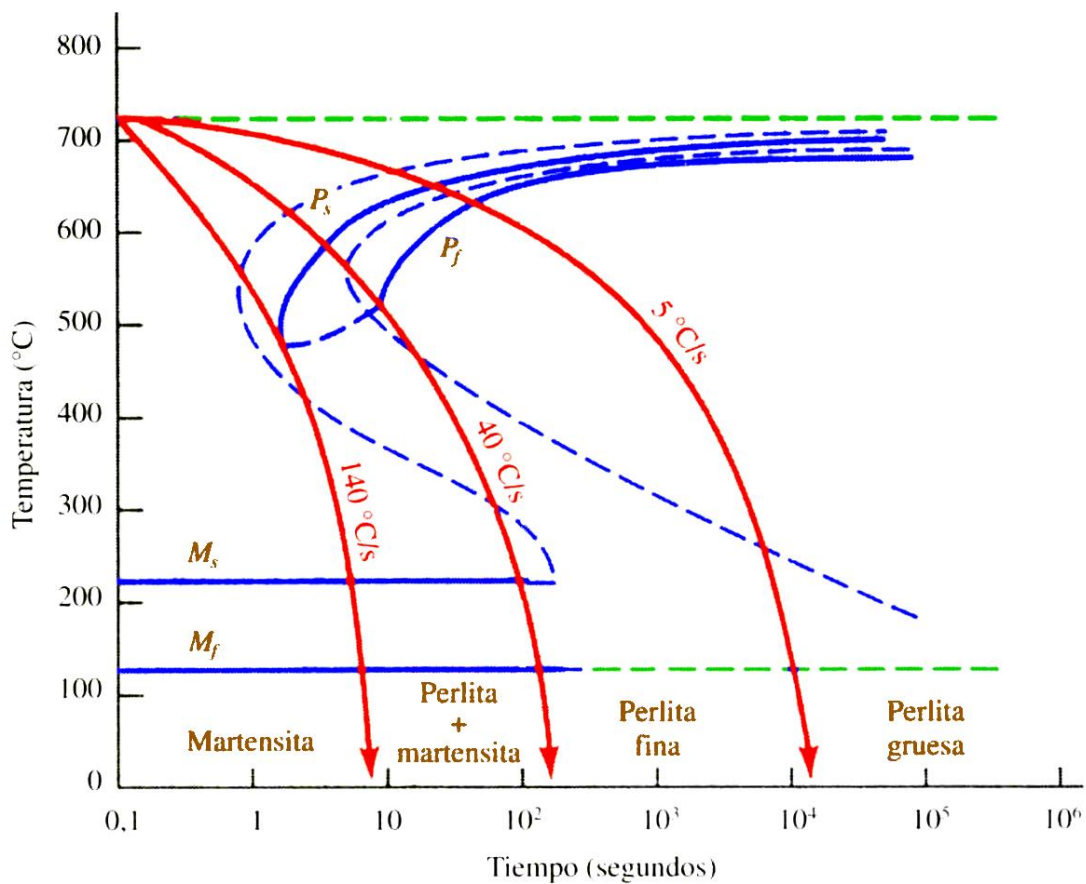
El incendio fortuito o provocado a lo largo de la Historia de la Humanidad es un hecho muy extendido. Sitio y asalto de ciudades y villas, asaltos a fortificaciones, arrasamiento de territorios e incendios no provocados han dejado su huella en numerosos yacimientos arqueológicos. Muchos de estos niveles han sido fáciles de detectar por las huellas que dejan en los materiales y las construcciones.

Los aceros al carbono pueden ser testigos muy valiosos para certificar el ciclo térmico de un incendio. Pero si éste no alcanza la temperatura y tiempos de las transformaciones de fase necesarias en el Diagrama Hierro-Carbono, no quedará ningún testimonio en la estructura final de la pieza de acero que lo haya sufrido. Sin embargo, en aquellos casos en que la temperatura alcanzada se

acerque o supere la isoterma de la transformación eutectoide, alrededor de los 720° C, y el tiempo permanecido a estas temperaturas sea el necesario, el incendio dejará una huella en la microestructura del acero de la pieza arqueológica (Calvo *et al.*, 1981: 1-61).

Si se supera la temperatura eutectoide, aún para tiempos cortos de unos minutos, la transformación será efectiva mostrando cambios microestructurales fácilmente detectables. Para el caso de llegar a temperaturas próximas a la eutectoide (600° C - 700° C), los tiempos necesarios para dejar huellas observables en la microestructura final deberán ser más prolongados, necesitando algunas horas de permanencia para que los efectos sean visibles (Calvo *et al.*, 1981: 1-61).

En todos los casos la estructura que se produce proviene de la globulización de la cementita de la perlita más o menos completa. Esta globulización se efectúa por mecanismos bien distintos según se produzca durante un enfriamiento lento desde temperaturas superiores a la eutectoide o bien por calentamiento prolongado a temperaturas inferiores a ésta. En el primer caso si la velocidad de enfriamiento no supera o es inferior a 1° C por minuto, la globulización de la cementita se produce de una manera muy eficaz, siendo más completa cuanto mayor sea el porcentaje de carbono en masa del acero. Para contenidos en carbono próximos al acero eutectoide la perlita se globuliza eficazmente para velocidades de enfriamiento superiores a la señalada (Chadwick, 1972: 188-194; Rostoker y Dvorak, 1977: 129-142; Porter y Easterling, 1981: 279-287; Reed-Hill, 2009: 562-602) (Figura 188).



**Figura 188.** Gráfica de formación de microestructuras según la temperatura y el tiempo de la velocidad de enfriamiento (Fuente: A. Criado).

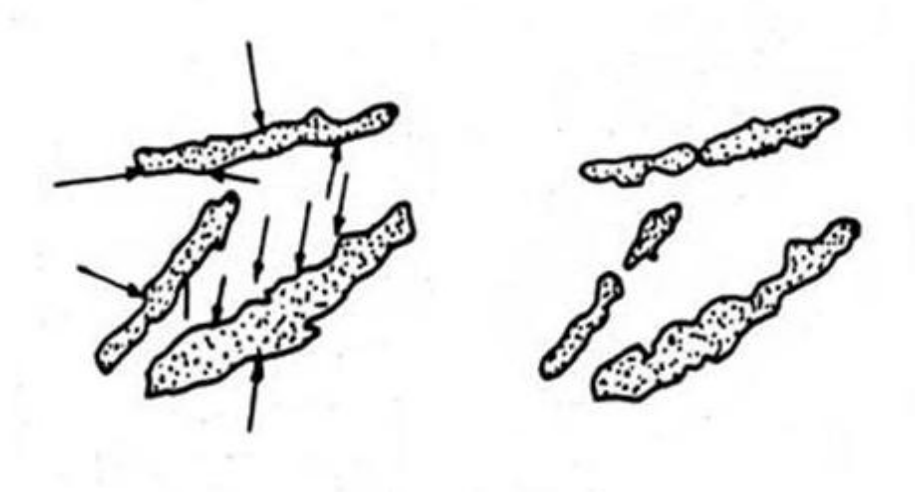
En el segundo caso, cuando la globulización se produce por un calentamiento prolongado a temperaturas inferiores, pero próximas a la eutectoide, el mecanismo es distinto, se hace lento y dependiente de la difusión (Reed-Hill, 2009: 562-602; Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23).

La globulización se produce en dos etapas bien diferenciadas: la primera de escalonamiento y otra posterior de globulización y crecimiento. En la primera las láminas prismáticas de la cementita se segmentan o escalonan por aquellos puntos singulares de su superficie, como defectos de crecimiento o emergencia de dislocaciones (Figura 189), donde la energía libre es mayor y puede favorecer la disolución de una zona del cristal en la ferrita (Figura 190), favorecida también por el aumento de la solubilidad del



carbono en la ferrita con la temperatura (pasa del 0,008% de carbono en masa a temperatura ambiente al 0,032% de carbono en masa a 720° C) (Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23).

## ESCALONAMIENTO



**Figura 189.** Fase de escalonamiento de la cementita (Fuente: Calvo *et al.*, 1985: 312-316).

## SEGMENTACIÓN



**Figura 190.** Fase de segmentación de la cementita (Fuente: Calvo *et al.*, 1985: 312-316).

Transcurrida esta etapa se produce la esferoidización y crecimiento de los cristales segmentados de cementita (Figura 191). En esta etapa se produce una competencia de unos cristales frente a otros, creciendo los de mayor tamaño a costa de los más pequeños. Las diferencias de energías libres en las interfases de las partículas favorecen el crecimiento de unas frente a otras (Porter y Easterling, 1981: 279-287; Calvo *et al.*, 1985: 312-316; Calvo *et al.*, 1985: 342-345; Calvo *et al.*, 1986: 21-23) (Figura 188).

## GLOBULIZACIÓN



**Figura 191.** Fase de globulización de la cementita (Fuente: Calvo *et al.*, 1985: 312-316).

La velocidad de crecimiento esta determinada por la misma ecuación que la del crecimiento de los carburos de hierro en el caso de las incineraciones. Depende del tiempo y de una constante  $K$ , que engloba el factor difusión, la energía interfacial y la concentración en el equilibrio (Porter y Easterling, 1981: 279-287). La fórmula es la siguiente:

$$(r)^3 - (r_0)^3 = k t \text{ donde } k = D \gamma x_e$$

Donde:

**r** : radio medio de las partículas de carburo de hierro.

**r<sub>0</sub>** : radio crítico de las partículas de carburo de hierro.

**t** : tiempo transcurrido.

**(r)<sup>3</sup> - (r<sub>0</sub>)<sup>3</sup>** : aumento con el tiempo (**t**) del radio (**r**) de las partículas.

$$t = (r)^3 - (r_0)^3 / D \gamma x_e$$

Donde:

**D** : coeficiente de difusión del carbono en ferrita.

**γ** : energía interfacial entre ferrita y cementita (Fe<sub>3</sub>C).

**X<sub>e</sub>** : concentración en el equilibrio.

Se trata de la misma fórmula pero origina microestructuras diferentes debido a que las variables son distintas.

La variable coeficiente de difusión del carbono en ferrita (**D**) es distinta en los dos casos debido a la temperatura, siendo más favorable a altas temperaturas con enfriamiento lento (incendio) y menos favorable a temperatura ambiente con un enfriamiento rápido desde altas temperaturas (incineración).

La variable energía interfacial (**γ**) también es diferente debido a que determina el salto energético de una fase a otra, siendo más favorable con un enfriamiento desde altas temperaturas (incendio), que a temperatura ambiente con un enfriamiento lento desde altas temperaturas (incineración).

Las variables tienen valores distintos porque la cinética en uno y otro caso varían. En el caso de las incineraciones es poco favorable y lenta (miles de años) porque la segregación de los carburos de hierro se produce en estado sólido al quedar retenido por el subenfriamiento rápido (de la fase austenita a la fase ferrita), mientras que en el caso de los incendios es muy favorable y rápida ya que el salto de una fase a otra (también de la fase austenita a la fase ferrita) se produce durante el enfriamiento lento.

Los tiempos prolongados favorecen el crecimiento de las partículas cristalinas de cementita. La consecuencia es que la globulización de la cementita, a temperaturas por debajo y cercanas al eutectoide, necesitan tiempos largos para completar el proceso.

En ambos casos la globulización de la cementita, durante el enfriamiento lento, desde temperaturas superiores al eutectoide y la globulización a temperaturas inferiores o cercanas al eutectoide, favorecen morfologías globulares o esferoidizadas por ser las que presentan menor energía superficial, esto es, menor área superficial para un volumen dado (Taylor, 1976: 489-539).

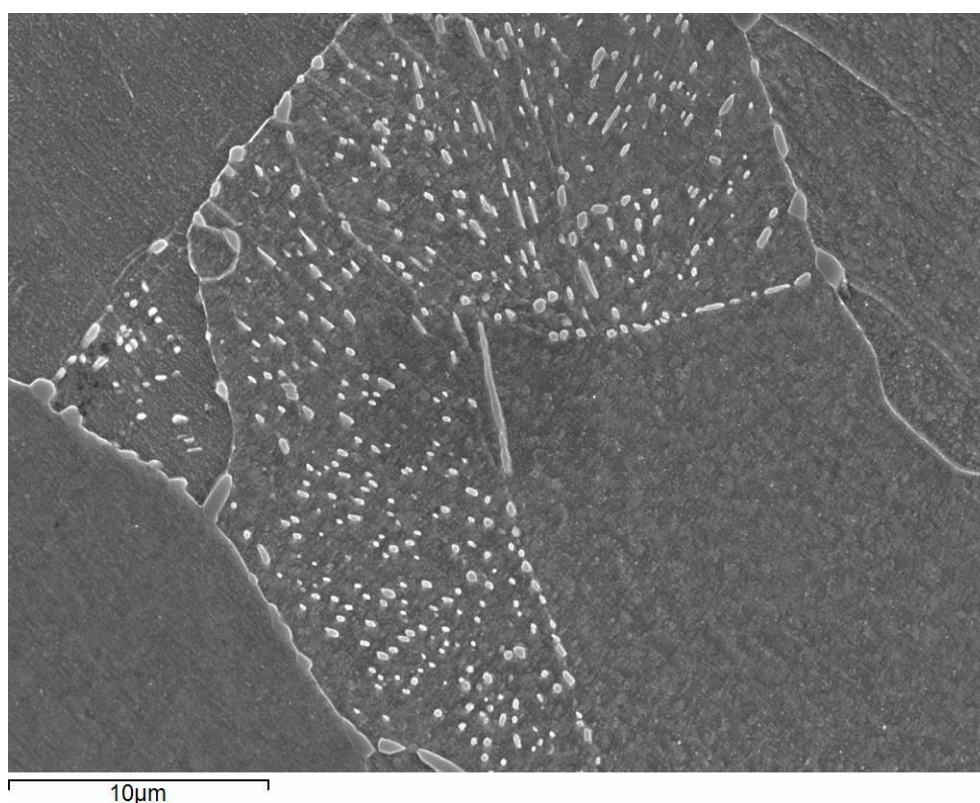
Las piezas arqueológicas de niveles de incendio estudiadas en el presente trabajo presentan cementita globulizada pero con morfologías cristalinas idiomórficas. El crecimiento característico de un compuesto intermetálico como la cementita es de tipo planar, lo que lleva inevitablemente a morfologías poliédricas de alta esfericidad (Chadwick, 1972: 188-194).

Las piezas arqueológicas de niveles de incendio estudiadas están constituidas por aceros hipoeutectoides. En estos aceros con temperaturas cercanas a la línea eutectoide y tiempos prolongados o superando esta línea unos minutos en el campo bifásico ferrita-austenita, las colonias perlíticas aparecen globulizadas respetando la



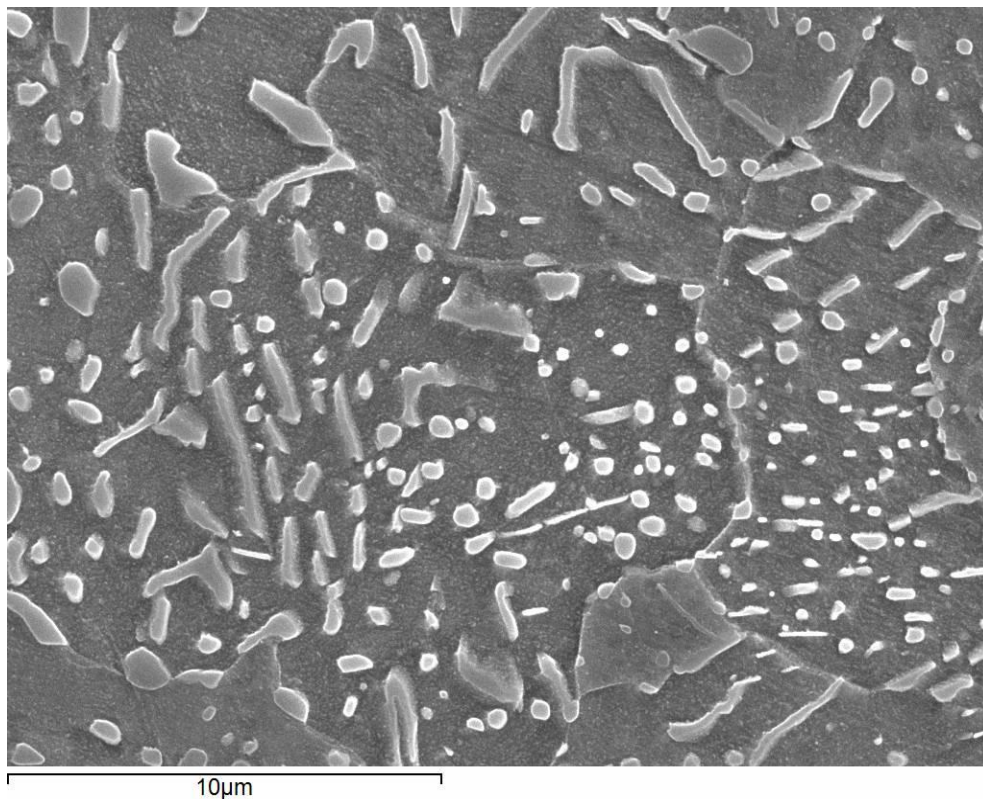
localización anterior al incendio. En este caso la colonia perlítica transforma a austenita, mientras que la ferrita queda inalterada. Al cabo de unas decenas de minutos la difusión puede afectar algo los límites de los cristales ferrítico-perlíticos, ahora ferrítico-austeníticos, y por tanto modificar la geometría de la localización primitiva inicial. Son los casos de la cota de malla, el clavo C-013 de la Villa del Saucedo y la fíbula, regatón y lanza de Numancia.

En la Figura 192 se observa como se conserva esta localización inicial perlítica en la reproducción de laboratorio con el acero AISI 1005, sometido a 760° C de 10 a 30 minutos y enfriado lentamente a una velocidad de 0,5° C por minuto. La colonia perlítica globulizada queda perfectamente dibujada en los límites de la primitiva colonia anterior al tratamiento térmico.



**Figura 192.** Imagen de MEB mostrando la localización inicial perlítica en la reproducción de laboratorio con el acero AISI 1005, sometido a 760° C de 10 a 30 minutos y enfriado lentamente a una velocidad de 0,5° C por minuto.

Si la temperatura del incendio es superior al campo de existencia bifásico ferrita-austenita y se sitúa en el monofásico de la austenita, en apenas 400 segundos de permanencia se produce la homogeneización de todo el carbono en esta fase (Calvo *et al.*, 1981: 1-61). De esta forma ya no se conserva claramente la geometría de las primitivas colonias perlíticas, apareciendo cementita globulizada por toda la matriz ferrítica, durante el enfriamiento lento, como se puede observar en el acero experimental AISI 1005 al que le elevamos la temperatura hasta los 900° C entre 10 y 30 minutos, enfriándolo posteriormente a razón de 0,5° C por minuto (Figura 193). Son los casos del clavo C-022 de la Villa del Saucedo y las pinzas, tijeras y clavo de Numancia.



**Figura 193.** Imagen de MEB mostrando cementita globulizada por toda la matriz ferrítica, durante el enfriamiento lento, después de elevar la temperatura hasta los 900° C entre 10 y 30 minutos, enfriándolo posteriormente a razón de 0,5° C por minuto.

## 6. Conclusiones

---





## **6.1. Objetivos**

Las primeras piezas en las que se detectaron estructuras anómalas en hierros y aceros arqueológicos fueron las que sufrieron ritos de incineración. De esta manera se inició el estudio de la presencia de esas microestructuras atípicas a través del Diagrama de Fases Fe-C. Se interpretó que las muestras habían sufrido un ciclo térmico final severo con un subenfriamiento fuerte desde altas temperaturas, lo que llevó a pensar que podían haber sido incineradas con el cadáver en los ritos funerarios de cremación del contexto histórico del que provenían.

Se obtuvieron más muestras provenientes de necrópolis de incineración y se volvieron a observar estas microestructuras en forma de agujas precipitadas en la matriz ferrítica. En este punto se pasó de la observación e interpretación a la reproducción experimental en aceros modernos con las mismas características que los arqueológicos. Además se aplicó la técnica instrumental de la Microsonda Electrónica para conocer la naturaleza de estos precipitados.

Después de reproducir experimentalmente con éxito estas microestructuras se decidió conocer, para comparar, que se podía observar en otras piezas de acero arqueológicas que hubieran sufrido otro tipo de ciclo térmico final como el incendio o que no hubieran sufrido ninguno.

En las piezas de niveles de incendio se podían observar un tipo de microestructuras que se caracterizaban por haber sufrido un ciclo térmico final más o menos fuerte pero con un subenfriamiento lento. Se procedió en este caso también a su reproducción experimental para confirmar lo observado, lográndose con éxito.

También se obtuvieron muestras de aceros que no habían sufrido ningún ciclo térmico final, arrojando en este caso imágenes de otro tipo de microestructura que se compararon con las otras dos de ciclos térmicos finales y que presentan claros síntomas de envejecimiento estructural.

Por todo ello la investigación del presente trabajo se marca como objetivo principal obtener un vector de probada fiabilidad para asegurar si una pieza de acero o hierro ha sufrido un proceso de incineración, otros procesos térmicos como incendios o envejecimiento estructural con el tiempo. Por ello es importante recordar los objetivos que se marcaron al principio y que se han logrado con éxito.

1. Para el caso de las piezas de acero objeto de ritos crematorios:
  - Observar e interpretar las microestructuras internas que aparecen en las piezas que han sufrido un ciclo térmico final determinado por la incineración.
  - Conocer la composición de estas microestructuras.
  - Determinar las temperaturas alcanzadas por las piezas de hierro y acero durante el rito crematorio y las velocidades de enfriamiento.
  - Reproducir en laboratorio dicho tratamiento térmico en aceros modernos experimentales de las mismas características que los arqueológicos para confirmar la formación de dichas microestructuras bajo las condiciones interpretadas.
  - Conocer que mecanismos cinéticos y termodinámicos operan y llevan a estas peculiaridades microestructurales.
  - Con todos estos datos saber discernir que piezas han sido incineradas en el rito funerario junto al cadáver y cuales no han sufrido ningún tipo de exposición al fuego y fueron depositadas a posteriori junto al ajuar funerario.

2. Para el caso de las piezas de acero pertenecientes a niveles de incendio:
  - Observar e interpretar las microestructuras internas que aparecen en las piezas que han sufrido un ciclo térmico final determinado por el incendio.
  - Determinar las temperaturas alcanzadas por las piezas de hierro y acero durante el incendio y las velocidades de enfriamiento.
  - Reproducir en laboratorio dicho tratamiento térmico en aceros modernos experimentales de las mismas características que los arqueológicos para confirmar la formación de dichas microestructuras bajo las condiciones interpretadas.
  - Conocer que mecanismos cinéticos y termodinámicos llevan a estas peculiaridades microestructurales.
3. Para el caso de piezas de acero que no han sufrido ciclo térmico final:
  - Conocer la microestructura del acero antes de sufrir cualquier ciclo térmico.
  - Valorar sus peculiaridades microestructurales que las diferencian de los otros dos procesos estudiados.
4. Para el caso de las piezas de acero objeto de ritos crematorios y las de niveles de incendio:
  - Valorar las diferencias estructurales y cinéticas entre los dos casos de ciclo térmico final para conocer las diferentes temperaturas y las velocidades de enfriamiento que se han dado en cada grupo.

## **6.2. Conclusiones físico-químicas y metalográficas.**

1. Para el caso de las piezas de acero objeto de ritos crematorios:
  - La aparición de carburos de hierro idiomórficos con estructura Windmanstätten, precipitados en la matriz de granos ferríticos, en las armas y otros objetos de hierro y acero de los pueblos

prerromanos y en época romana de la Península Ibérica, son un magnífico vector para asegurar que la pieza fue objeto de un rito funerario de cremación.

- La composición de dichos cristales ha quedado aclarada con los análisis de Microsonda Electrónica, realizados al *pillum* ibérico y a la falcata, como carburos de hierro, lo que viene a confirmar otros análisis por otros métodos publicados en la literatura internacional.
- Para que aparezcan estos cristales idiomórficos de carburo de hierro la ferrita debe quedar sobresaturada en carbono, lo que exige un grado de subenfriamiento fuerte, que sólo se alcanza si la temperatura de cremación fue muy elevada frente a la temperatura ambiente o se usó algún líquido para apagar la pira, conociendo la importancia ritual del agua y del vino en el mundo funerario. Se cuantifica esta temperatura entre al menos 950° C y 1000° C, superándose en muchas ocasiones esta última.
- La microestructura original resultante del enfriamiento de los aceros de bajo contenido en carbono (hipoeutectoides), desde temperaturas elevadas, es semejante a las obtenidas en los aceros industriales en bruto de colada, esto es, ferrita acicular con estructura Windmanstätten.
- Durante el proceso de envejecimiento natural o artificial simulado en laboratorio, los carburos de hierro idiomórficos precipitan en las interfases de las agujas de ferrita, presentando por tanto una clara orientación en ciertos planos, originando la conocida estructura Windmanstätten.
- Su forma idiomórfica y prismática alargada se debe a su crecimiento semicoherente en algunos planos e incoherente en otros planos.
- Formados los núcleos cristalinos se establece una competencia de crecimiento entre ellos, favoreciendo a los mayores y



redisolviendo a los más pequeños. Esto es debido a que las energías libres son diferentes en las interfases de los cristales, provocando que la concentración en carbono de la matriz ferrítica sea diferente. Se produce un flujo de átomos de carbono de la interfase ferrita-carbono de los más pequeños hacia los de mayor volumen.

- La velocidad de crecimiento de los cristales viene dictada por la siguiente fórmula:  $r^3 - r_0^3 = K t = D \gamma x_e t$ . Para favorecer el crecimiento en los ensayos simulados se ha trabajado a 300° C y tiempos prolongados. Una temperatura superior a 300° C, para los tiempos más dilatados, hubiera supuesto una segura globulización de los carburos de hierro idiomórficos formados.
2. Para el caso de las piezas de acero pertenecientes a niveles de incendio:
- La aparición de cementita globulizada en la matriz ferrítica en objetos de hierro o acero arqueológicos es un testigo cierto de que la pieza ha sufrido un proceso térmico final, en este caso un incendio.
  - Cuando la cementita globulizada aparece en las antiguas colonias perlíticas y en los límites de grano testifica que ha sufrido un calentamiento alrededor de los 760° C durante unos minutos o una decena de minutos, manteniéndose en el campo bifásico ferrita-austenita, con un posterior enfriamiento lento o que ha estado a temperaturas cercanas a la eutectoide, necesitando en este caso más tiempo conforme sea menor la temperatura.
  - Cuando la cementita globulizada aparece segregada por toda la matriz ferrítica testifica que el ciclo térmico final sufrido por la pieza se situó en el campo monofásico de la austenita, estimando una temperatura alrededor de los 900° C. En esta

situación el carbono se difunde por toda la matriz ferrítica en apenas 400 segundos.

- La estructura original resultante de las colonias perlíticas, después de un calentamiento superior o cercano a la línea eutectoide (720° C), con un posterior enfriamiento lento es la cementita globulizada.
- El proceso de la globulización de la cementita consta de dos fases bien diferenciadas: el escalonamiento y la globulización y crecimiento. En la primera fase las láminas prismáticas de la cementita se segmentan por aquellos puntos singulares de su superficie, como defectos de crecimiento o dislocaciones, donde la energía libre es mayor. La segunda está compuesta por la esferoidización y crecimiento de los cristales segmentados de la cementita.
- En la segunda etapa de globulización y crecimiento se produce una competencia en el crecimiento de unos cristales frente a otros, creciendo los mayores redisolviendo a los más pequeños. Esto es debido a que las energías libres son diferentes en las interfases de los cristales, provocando que la concentración en carbono de la matriz ferrítica sea diferente. Se produce un flujo de átomos de carbono de la interfase ferrita-carbono de los más pequeños hacia los de mayor volumen.
- La globulización de la cementita durante el enfriamiento lento desde temperaturas superiores o cercanas a la eutectoide favorecen las morfologías globulares o esferoidizadas por ser las que presentan menor energía superficial o lo que es lo mismo, menor área superficial para un volumen dado. De esta manera el crecimiento de la cementita, como característico de un compuesto intermetálico, es de tipo planar, lo que lleva a morfologías poliédricas de alta esfericidad.

- La velocidad de crecimiento de los glóbulos de cementita viene dictada por la siguiente fórmula:  $r^3 - r_0^3 = K t = D \gamma x_e t$ . Para favorecer la globulización de la cementita en la posición de las primitivas colonias perlíticas se ha trabajado a 760° C de 10 a 30 minutos. Para favorecer la globulización de la cementita y que segregara por la matriz ferrítica se ha trabajado a 900° C de 10 a 30 minutos.
3. Para el caso de piezas de acero que no han sufrido ciclo térmico final:
- La estructura detectada en aceros no sometidos a ciclos térmicos finales se conoce como perlita, cuyo nombre proviene de su aspecto visual nacarado semejante a las perlas. Se trata del agregado eutectoide del acero formado por capas alternativas de ferrita y cementita.
  - Las láminas alternativas de ferrita y cementita y su espaciado interlaminar depende de si el enfriamiento se ha llevado a cabo en el horno o al aire, esto es, depende de la velocidad de enfriamiento a la hora de conformar el objeto.
  - En los tres casos objeto de estudio, los dos clavos de San Chuís y el clavo del *Aqua Augusta*, se han fabricado mediante un laminado en caliente con un recocido a unos 900° C (campo austenítico) y enfriado al aire, como se observa de su espaciado interlaminar fino.
4. Para el caso de las piezas de acero objeto de ritos crematorios y las de niveles de incendio:
- Las diferencias estructurales entre las piezas de hierro o acero que han sufrido un ciclo térmico final caracterizado por la cremación y las determinadas por un incendio son evidentes. Para el primer caso se trata de precipitados de carburo de hierro idiomórficos en estructura Windmanastätten en la matriz ferrítica. Su ciclo térmico final esta caracterizado por un

temperatura muy elevada que se sitúa en el campo austenítico (1000° C) y un subenfriamiento fuerte, por encima de los 200° C por minuto, lo cual hace que el carbono quede retenido y sobresaturando la matriz ferrítica, precipitando con el paso de miles de años. En el segundo caso la temperatura se sitúa por encima o cercana a la eutectoide (720° C) y se produce un enfriamiento lento que lleva a la globulización de la cementita, cuyos glóbulos empiezan a crecer a los pocos minutos. Este enfriamiento se puede situar entre los 0,5° C y 1° C por minuto.

- La fórmula de crecimiento de los glóbulos de cementita de las piezas de incendio y de los carburos de hierro idiomórficos de las muestras de incineración es la misma, dando origen a microestructuras diferentes ya que las variables son distintas.
- La variable coeficiente de difusión del carbono en ferrita (**D**) es distinta en los dos casos debido a la temperatura, siendo más favorable a altas temperaturas con enfriamiento lento (incendio) y menos favorable a temperatura ambiente con un enfriamiento rápido desde altas temperaturas (incineración).
- La variable energía interfacial ( **$\gamma$** ) también es diferente debido a que determina el salto energético de una fase a otra, siendo más favorable con un enfriamiento desde altas temperaturas (incendio), que a temperatura ambiente con un enfriamiento lento desde altas temperaturas (incineración).
- Por todo ello la fórmula es la misma pero dando origen a microestructuras diferentes. Las variables tienen valores distintos debido a que la cinética de uno y otro caso varía. En el caso de las incineraciones es poco favorable y lenta (miles de años) porque la segregación de los carburos de hierro se produce en estado sólido debido al enfriamiento con un alto gradiente térmico que retuvo el carbono en la ferrita, mientras que en el

caso de los incendios es muy favorable y rápida ya que el salto de una fase a otra se produce durante el enfriamiento lento.

### **6.3. Conclusiones histórico-arqueológicas.**

Respecto a las piezas cremadas la aparición de carburos de hierro idiomórficos precipitados en la matriz de granos ferríticos nos indica que la pieza fue cremada junto al cadáver, que sufrió un subenfriamiento con un gradiente térmico fuerte, lo que puede dar la pista de que la pira fuera apagada con algún tipo de líquido, recordando la importancia ritual del agua y del vino en el protocolo fúnebre, y que la temperatura tuvo que ser muy elevada, mínimo entre los 950° C y los 1000° C. Además la aparición de este tipo de estructura sólo se puede dar en aceros con miles de años de antigüedad y que han sufrido un fuerte ciclo térmico final, con lo que en este caso no es necesario que se conozca el contexto arqueológico de la pieza, siempre que mantenga unos miligramos de núcleo metálico sin oxidar.

El conocer estos datos es muy útil a la hora de recomponer el rito funerario y conocer pautas y comportamientos sociales y a través de ellos acceder al mundo de las creencias y las ideas. De hecho el ámbito funerario de una comunidad es revelador de muchas de sus actitudes culturales como la estructura social, aspectos económicos, demografía, manifestaciones rituales y también de las que menos dejan huella en el registro arqueológico, como las creencias religiosas la esfera simbólica del pensamiento (Cerdeño y García Huerta, 2001: 141-190), a lo que el presente trabajo puede aportar datos muy valiosos y hasta ahora desconocidos.

Como se ha podido estudiar en la literatura especializada, algunos elementos metálicos se encuentran deformados o parcialmente fundidos, aunque no todos los que aparecen en el interior de una tumba se encuentran afectados por la combustión, lo cual permite pensar en una deposición posterior a este acontecimiento



(López Cachero, 2008: 139-171). Debido a que el hierro funde a unos 1540° C, temperatura que no se alcanzaba en estas piras, los elementos de acero, a simple vista, no aparecen afectados por el fuego, a no ser que lleven otros elementos como por ejemplo plata, bronce o cobre. De esta manera se demuestra que aunque estas piezas aparentemente no den síntomas de haber sufrido una incineración, la estructura interna cambia su micromorfología completamente, como se ha demostrado, y de esta forma se pueden detectar que objetos de hierro y acero han sido cremados con el cadáver y cuales se han depositado a posteriori junto al ajuar funerario sin haber sufrido exposición al fuego crematorio.

La temperatura de la cremación se ha comprobado que era muy elevada, también favorecida por la posición del cadáver dentro de un hoyo y con la leña extendida sobre él (Wells, 1960: 29-37), lo cual conllevaría un efecto horno que ayuda a elevar la temperatura. Al producirse un gradiente térmico tan severo se pueden dar dos opciones: que la temperatura de la pira era muy elevada respecto a la ambiental o que se apagara con algún líquido como el vino o el agua. En ambos casos el enfriamiento tiene un fuerte gradiente térmico. De hecho el agua en muchas culturas antiguas tuvo un alto significado simbólico, representando la separación entre el mundo de los vivos del de los muertos (Cerdeño y García Huerta, 2001: 141-190), aunque también se documenta en época romana la práctica consistente en regar la pira funeraria con agua o con vino, pero con la finalidad de apagarla (Gómez Bellard, 1996: 55-64), lo que iría en la línea de lo observado en las micrografías de las piezas de acero incineradas.

A través de esta metodología, en una necrópolis de incineración dada, se podría hacer una recopilación de los materiales que han sido incinerados junto al cadáver y cuales no lo han sido, siempre hablando de objetos de hierro y acero, y de esta manera hacer un inventario del que se pudieran deducir pautas de comportamiento social, sobre todo con objetos materiales tan importantes como los de hierro, que en su

gran mayoría están unidos a la esfera de élites guerreras y serían símbolo de diferenciación social (Cerdeño, 2005: 1-26).

Otro factor a favor es que una vez conocidas estas microestructuras tan peculiares y habiéndolas reproducido experimentalmente con las condiciones bajo las que se formaron, simplemente mediante la observación de su microestructura se pueden detectar y ser testigo de que la pieza fue incinerada junto al cadáver.

Respecto a las piezas de hierro o acero de niveles de incendio, éstas nos dan información sobre las condiciones en que se ha producido, las temperaturas que se han alcanzado y de las velocidades de enfriamiento. Tratándose de aceros hipoeutectoides, como es el caso, deben acercarse a la temperatura eutectoide o superarla y en este último caso depende de si se mantiene en el campo bifásico ferrita-austenita o en el monofásico de la austenita, se obtendrán imágenes diferentes en las micrografías, que nos darán información sobre la temperatura alcanzada y el tiempo mínimo en el que se mantuvo en ella.

Como expone Rovira (Rovira, 2004: 9-40) la investigación arqueometalúrgica cuenta con tres fuentes básicas de información: el registro arqueológico, el análisis en el laboratorio de los materiales metálicos hallados y la replicación experimental. Del registro arqueológico se obtienen los objetos relacionados con los procesos metalúrgicos, que sirven para obtener el metal, hasta los propios objetos acabados. Estos materiales son sometidos en el laboratorio a una serie de pruebas para determinar su naturaleza, composición química, estructuras, etc. con el fin de extraer información sobre los procesos físico-químicos que los originaron. Por fin, la replicación experimental permite confirmar si los procesos deducidos de las analíticas son realizables en la práctica.

Por ello la labor científica que se ha llevado a cabo en el presente trabajo ofrece una herramienta fiable para afrontar el estudio de una necrópolis de incineración para el estudio de sus objetos de hierro o para el caso de un yacimiento en el que se haya detectado un nivel de incendio y presente objetos de hierro. Además se han seguido los pasos básicos y fundamentales de toda investigación en el campo de la Arqueometalurgia: el primero de observación de la muestra; el segundo de estudio e interpretación; y el último, para certificar la validez de lo interpretado, la reproducción experimental en laboratorio de las mismas microestructuras observadas con los mismos materiales y condiciones en las que se formaron para validar nuestras hipótesis, lo que conlleva que se pueda calificar de éxito el trabajo de la presente tesis doctoral.

## 7. APÉNDICES

---





## **7.1. Glosario**

**Absorción:** capacidad de absorción de energía electromagnética de una sustancia.

**Acero dulce:** acero con bajo contenido en carbono (hipoeutectoide).

**Acicular:** en forma de aguja.

**Alúmina:** óxido de aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Junto con la sílice, es el componente más importante en la constitución de las arcillas y los esmaltes, confiriéndoles resistencia y aumentando su temperatura de maduración. Se usa para el pulido de las probetas.

**Austenita:** solución sólida de carbono en hierro gamma. Fase de composición variable siendo estable a alta temperatura.

**Austenización:** elevación de la temperatura del acero o hierro hasta el campo austenítico del Diagrama de Equilibrio Hierro - Carbono.

**Campo austenítico:** campo del Diagrama De Equilibrio Hierro – Carbono en el que todo el carbono se disuelve en la matriz ferrítica.

**Carburos esferoidizados:** carburos de hierro en forma de esfera.

**Cementita:** carburo de hierro que contiene un 6,67% en masa de carbono y un 93,33% de masa de hierro. Microconstituyente más duro de los aceros al carbono ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ).

**Coalescencia:** proceso en el que dos dominios de fase de composición esencialmente idéntica entran en contacto para formar un dominio de

fase mayor. El fenómeno principal es que los materiales optimizan su superficie de manera que minimizan su energía.

**Colonia perlítica:** agregado eutectoide formado por capas alternativas de ferrita y cementita que aparecen en forma de colonias en los puntos de unión o en los límites de grano ferríticos.

**Compuesto intermetálico:** aleaciones homogéneas que tienen propiedades y composición definida.

**Convertidor:** consiste esencialmente en un horno que contiene el baño fundido del acero.

**Decarburación:** cambio en la estructura y el contenido del acero en la que parte del carbono de la capa o capas de la superficie se pierde.

**Diagrama de equilibrio de fases:** una misma sustancia puede existir en más de un estado o fase de la materia. El equilibrio entre las fases es dinámico, esto es que existe una transferencia continua de partículas de una fase a la otra. El cambio de la materia de un estado a otro se denomina cambio de fase.

**Difracción de Rayos X:** análisis cualitativo que permite identificar elementos cristalinos.

**Energía cinética:** trabajo necesario para acelerar un cuerpo de una masa determinada desde el reposo hasta la velocidad indicada.

**Equiaxial:** morfología que corresponde a granos poligonales de ejes aproximadamente iguales.

**Estructura Windmanstätten:** precipitación de una fase cristalina a partir de otra sólida. El nombre proviene de Alois Von Windmanstätten, metalógrafo de finales del siglo XIX e inicios del siglo XX.

**Eutectoide:** acero con un contenido en carbono del 0,8% en masa.

**Ferrita:** hierro alfa prácticamente puro pudiendo contener cantidades muy pequeñas de carbono, siendo la solubilidad de este elemento, a temperatura ambiente de tan sólo el 0,008% en masa.

**Fluorescencia:** tipo particular de luminiscencia que caracteriza a las sustancias que son capaces de absorber energía en forma de radiaciones electromagnéticas y luego emitir parte de esa energía en forma de radiación electromagnética con longitud de onda diferente.

**Forja:** proceso de conformado por deformación plástica que puede realizarse en caliente o en frío.

**Fotón:** partícula elemental responsable de las manifestaciones cuánticas del fenómeno electromagnético. Es la partícula portadora de todas las formas de radiación electromagnética, incluyendo a los rayos gamma, los rayos X, la luz ultravioleta, la luz visible (espectro electromagnético), la luz infrarroja, las microondas y las ondas de radio.

**Globulización:** tendencia a formas de glóbulo o esfera.

**Gradiente térmico:** Aumento o disminución gradual de la temperatura a lo largo de un espacio de tiempo.

**Granulometría:** tamaño de grano del papel de desbaste.

**Hipereutectoide:** acero con un contenido en carbono desde el 0,8% al 2% en masa.

**Hipoeutectoide:** acero con un contenido en carbono por debajo del 0,8%.

**Idiomórfico:** cristal limitado por caras cristalinas planas.

**Interfase:** separación o intervalo entre dos fases diferentes.

**Límite de grano:** superficie de separación entre dos cristales de un mismo gran policristal.

**Macla:** cambio de dirección en el crecimiento de un cristal. Los hay de dos tipos: por recristalización o conformación plástica.

**Magnetita:** recubrimiento de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  de excelente adherencia, coherencia con la red cristalina del hierro e impermeabilidad. Su tenacidad en unión al substrato metálico es notable, resistiendo al rayado y al martilleado en frío. Presenta un color negro-gris oscuro con matiz azulado.

**Metaestable:** propiedad de un sistema con varios estados de equilibrio. Normalmente la metaestabilidad es debida a transformaciones de estado lentas.

**Monocromador:** dispositivo óptico que permite, por medio de un mecanismo, seleccionar y transmitir una estrecha banda de longitudes de onda ya sean electromagnéticas o no a partir de una fuente emisora que produzca una amplia gama de longitudes de onda.

**Morfología equiaxial:** corresponde a granos poligonales de ejes aproximadamente iguales.

**Nitruración:** proceso termoquímico empleado industrialmente para endurecer superficialmente aceros. Consiste en la absorción de nitrógeno por parte del acero.

**Número Atómico:** número total de protones en el núcleo del átomo.

**Ortorrómbico:** es uno de los siete sistemas cristalinos existentes en cristalografía. Se caracteriza porque la celda unidad de la red cristalina tiene la forma geométrica con los tres ángulos rectos, mientras que las tres aristas de dicha celda unidad tienen todas longitudes diferentes.

**Pella (o Lupia):** masa de metales fundidos.

**Perlita:** agregado eutectoide formado por capas alternativas de ferrita y cementita con una composición bastante definida de 88% de ferrita y 12% de cementita.

**Precipitado:** sólido que se produce en una disolución por efecto de difusión o de una reacción química.



**Sputtering:** recubrimiento de oro o grafitos, según el material de la muestra, para hacer la superficie de la probeta conductora.

**Termopar:** dispositivo para mediciones de temperatura basado en efectos termoeléctricos.

**Transformación eutectoide:** transformación mediante la cual una solución sólida origina, simultáneamente, dos fases de composiciones distintas. En el caso del acero es la disolución sólida + Fe<sub>3</sub>C.

## **7.2. Unidades de medida**

**1 electrónvoltio (eV):** unidad de energía que representa la energía cinética que adquiere un electrón cuando es acelerado por una diferencia de potencial de 1 voltio. Equivale a  $1,602176462 \times 10^{-19}$  Joules (J), obteniéndose este valor de multiplicar la carga del electrón ( $1,602176462 \times 10^{-19}$  C) por la unidad de potencial eléctrico (V).

**mesh:** unidad de medida para la granulometría de las arenas. 100 mesh = 0,149 mm; 400 mesh = 0,037 mm.

**1 micrómetro (µm):**  $10^{-6}$  metros.

## 8. BIBLIOGRAFÍA

---



Aguado, M.; Castelo, R.; Torrecilla, A. 1999: "El yacimiento arqueológico de El Saucedo (Talavera La Nueva, Toledo): balance y perspectivas". *CuPAUAM* 25.2: 193-250.

Alcalá-Zamora, L. 2004: *La necrópolis ibérica de Pozo Moro*. Real Academia de la Historia. Madrid.

Almagro Bash, M. 1962: "El ajuar del Dolmen de la Pastora de Valencina de la Concepción (Sevilla)". *Trabajos de Prehistoria*. Separata del Seminario de Historia Primitiva del Hombre. Madrid.

Alonso, J.; Cerdán, R.; Filloy, I. 1999: *Nuevas técnicas metalúrgicas en armas de la II Edad del Hierro. Arqueometalurgia y Conservación en la Necrópolis de La Hoya (Laguardia, Álava)*. Diputación Foral de Álava. Vitoria.

Alonso, J.; Cerdán, R.; Filloy, I. 2001: "Revestimientos de magnetita en el hierro prerromano. Arqueometalurgia y conservación en la necrópolis de La Hoya (Laguardia, Álava)". En B. Gómez Tubío, M. A. Respaldiza, M. L. Pardo Rodríguez: *III Congreso Nacional de Arqueometría (Sevilla 2001)*. Secretariado de Publicaciones Universidad de Sevilla, Sevilla: 457-466.

Alonso, J.; López, P. 2007: "Armas negras en la Protohistoria de la Península Ibérica". *AKOBE* 8: 60-64.

Alonso, J. 2008: "Las armas de color negro en la Protohistoria de la Península Ibérica. Conservación e identificación macroscópica de los acabados de magnetita". En J. Barrio Martín y E. Cano Díaz: *MetalEspaña'08: Congreso de conservación y restauración del Patrimonio Metálico (Madrid 2008)*. Editor: J. Barrio Martín, Madrid: 134-142.

Álvarez Ossorio y Farfán de los Godos, F. 1954: *Tesoros Antiguos Españoles en el Museo Arqueológico Nacional*. Editorial Maestre. Madrid.

Apraiz, J. 1968: *Tratamientos térmicos de los aceros*. Dossat. Universidad Politécnica de Madrid, Escuela de Ingenieros Industriales. Madrid.

Barrio, J.; Hermana, F. 1998: "Arqueometría y conservación de metales antiguos: el caso de los hierros de Capote". *CuPAUAM* 25.1: 35-70.

Bartel, B. 1982: "A Historical Review of Ethnological and Archaeological Analysis of mortuary practices". *Journal of Anthropological Archaeology* 1: 32-58.

Belén Deamos, M.; Chapa Brunet, T. 1997: *La Edad del Hierro*. Síntesis. Madrid.

Beltrán de Heredia, J. 2007: "La vía sepulchralis de la Plaza Vila de Madrid. Un ejemplo de ritual funerario durante el Alto Imperio en la Necrópolis Occidental de Barcino". *Quarhis Época II* (3): 6-57.

Bendala, M. 2000: *Tartessos, íberos y celtas*. Temas de Hoy. Madrid.

Berrocal, L. 1989: "El asentamiento céltico del Castrejón de Capote (Higuera la Real, Badajoz)". *CuPAUAM* 16: 245-295.

Berrocal, L.; Almagro Gorbea, M. 1997: "Entre íberos y celtas: sobre santuarios comunales urbanos y rituales gentilicios en Hispania". *Quaderns de Prehistoria i Arqueologia de Castelló* 18: 567-588.

Blánquez Pérez, J. 1990: "La religión de los pueblos de la Hispania prerromana". *Zephyrus* 43: 223-233.

Blánquez Pérez, J. 2001: "El paisaje funerario ibérico". En R. García Huerta y J. Morales Hervás: *Arqueología funeraria: las necrópolis de incineración*. Ediciones Universidad Castilla la Mancha. Cuenca: 91-139.



Blázquez, A. 1923: "Antigüedades Prehistóricas en la provincia de Huelva". *Boletín de la Real Academia de la Historia* LXXXIII: 35-44.

Blázquez Martínez, J.M. 2001: *Religiones, ritos y creencias funerarias en la Hispania prerromana*. Gabinete de Antigüedades de la Real Academia de la Historia. Madrid.

Bonsor, G. E. 1899: *Les Colonies Agricoles Pre-romaines de la Vallée du Betis*. Editorial Ernes Leroúx. París.

Borrego, J. 2008: "La entrada del Aqua Augusta Vetus a Colonia Patricia: notas para el abastecimiento de agua a la Córdoba romana". *Anales de Arqueología Cordobesa* 19: 99-124.

Bravo, E. 2005: *Análogos Arqueológicos para Almacenamiento Geológico Profundo (AGP) de Residuos Nucleares de Alta Actividad (RAA): Aceros al Carbono*. Universidad Complutense de Madrid. Madrid.

Broker, G. R.; Norbury, J.; Sutton, A. L. 1957: "An Investigation of Nitride Precipitates in Pure Iron and Mild Steels". *Journal of the Iron and Steel Institute* 187: 205-215.

Cabré, J. 1916: "Una sepultura de guerrero ibérico de Miraveche". *Archivo Español de Arte y Arqueología* III: 1-16.

Calabrés, R. 2001: *Contribución al estudio de la fabricación de armas blancas con acero de Damasco*. Universidad Complutense. Madrid.

Calvo, F. A.; Mellor, B. G.; Criado, A. J. 1981: *The effects of simulated welding conditions on austenite decomposition kinetics*. United States Army. Research and Standardization Group. Londres.

Calvo, F. A.; Criado, A. J.; Gómez de Salazar, J. M.; Molleda, F. 1985: "Contribución al estudio de los mecanismos de esferoidización de las aleaciones Al-Si". *Revista de Metalurgia CENIM* 21 (5): 312-316.

Calvo, A. F.; Criado, A. J.; Gómez de Salazar, J. M.; Molleda, F. 1985: "Influencia de los tratamientos térmicos de esferoidización sobre las propiedades de dureza de las aleaciones Al-Si". *Revista de Metalurgia CENIM* 21 (6): 342-345.

Calvo, A. F.; Criado, A. J.; Gómez de Salazar, J. M.; Molleda, F.; Martínez, J. A. 1986: "Metalografía de la esferoidización de cristales de Si eutéctico". *Fundición Enero-Febrero 1986*: 21-23.

Cerdeño, M. L. 2005: "Arqueología funeraria celtibérica". *Historiae* 2: 1-26.

Cerdeño, M. L.; García Huerta, R. 2001: "Las necrópolis celtibéricas: nuevas perspectivas". En R. García Huerta y J. Morales Hervás: *Arqueología funeraria: las necrópolis de incineración*. Ediciones Universidad Castilla la Mancha. Cuenca: 141-190.

Chadwick, G. A. 1972: *Metallography of Phase Transformations*. The Butterworth Group. New York.

Comendador Rey, B. 1998: "Los inicios de la metalurgia en el Noroeste de la Península Ibérica". *Brigantium* 11: 1-262.

Costa Caramé, M. E. 2007: "Estado actual de la investigación arqueometalúrgica en España: una aproximación bibliométrica". En S. Rovira Llorens, M. García-Heras, M. Gener Moret y I. Montero Ruiz: *Actas del VII Congreso Ibérico de Arqueometría (Madrid 2007)*. Ediciones Quadro, Madrid: 398-409.

Costa Caramé, M. E. 2011: *La metalurgia y sus repercusiones económicas, sociales e ideológicas en las comunidades del III y II milenio CAL ANE en el Suroeste de la Península Ibérica*. Universidad de Sevilla. Sevilla.

Criado, A. J.; Martínez, J. A.; Calabrés, R.; Arias, D. 1997: "Fabricación del acero de Damasco: estudio metalográfico". *Revista de Metalurgia CENIM* 33 (1): 44-49.

Criado, A. J.; Martínez, J. A.; Calabrés, R.; Penco, F. 1999: "Estudio metalográfico sobre la calidad del cobre producido en las fundiciones de Cerro Muriano (Córdoba) durante la etapa romana". *ANTIQUITAS* 10: 89-96.

Criado, A. J.; Martínez, J. A.; Martínez, J. I.; Ruíz, J. 1999: "Origin of El Cid's sword revealed by ICP-MS metals analysis". *Spectroscopy Europe* 11/4: 10-14.

Criado, A. J.; Martínez, J. A.; Calabrés, R.; García, M.; Rodríguez, L. M.; Penco, F.; Lecanda, J. A. 2000: "Análogos de los contenedores metálicos de almacenamiento profundo". *Publicación Técnica de Enresa*: 26.

Criado, A. J.; Martínez, J. A.; Calabrés, R.; García, A.; Penco, F.; Lecanda, J. A. 2000: *Análogos arqueológicos e industriales para almacenamientos profundos: estudio de piezas arqueológicas metálicas*. Publicación Técnica de Enresa. Madrid.

Criado, A. J.; Martínez, A. J.; Calabrés, R.; Jiménez, J. M. 2000: "Metallographic Study of the Steel Blade of the Sword Tizona". *Praktische Metallographie* 37 (7): 315-325.

Criado, A. J.; Martínez, A. J.; Calabrés, R.; Jiménez, J. M. 2000: "La espada del Cid". *Investigación y Ciencia*. Edición en español de Scientific American 289: 54-60.

Criado, A. J.; Martínez, A. J.; Calabrés, R.; Jiménez, J. M. 2000: "L'épée du Cid". *Pour la Science*. Edición francesa de Scientific American 280: 78-85.

Criado, A. J.; Martínez, J. A.; Calabrés, R.; Rodríguez, L. M.; Jiménez, J. M.; Karlsson, M. 2000: "Microstructures in Historical and Archaeological Steel

Objects Resulting From Aging Process". *Praktische Metallographie* 37 (6): 370-379.

Criado, A. J.; Martínez, J. A.; Bravo, E.; Arias, D.; Jiménez, J. M. 2001: "Modelos para la datación de hierros y aceros antiguos aplicados a Tizona". *Gladius XXI*: 221-232.

Criado A. J.; Martínez, J. A.; Calabrés, R.; Mota, J. M.; Martínez, M. A.; Jiménez, J. M. 2001: "Traditional forging of swords and knives with legitimate Damascus steel". *Praktische Metallographie* 38 (2): 325-337.

Criado, A. J.; Pernco, F. 2002: "Tres piezas metálicas descontextualizadas procedentes del complejo arqueológico de Cerro Muriano (Córdoba): relación isotópica del plomo y otros aspectos". *ANTIQUITAS* 14: 9-21.

Criado, A. J.; Martínez, J. A.; Bravo, E. 2003: *Análogos arqueológicos e industriales para almacenamiento de residuos radiactivos: estudio de piezas arqueológicas metálicas (Archeo II)*. Publicación Técnica de Enresa. Madrid.

Criado, A. J.; Martínez, J. A. 2004: "Aplicación de los análogos a la evaluación de seguridad y comunicación del almacenamiento geológico. Síntesis Ilustrativa". *Colección de Documentos de I+D de Enresa y Consejo de Seguridad Nuclear* 10: 107-117.

Criado, A. J.; Martínez, J. A. 2004: "Analogue application to safety assessment and communication of radioactive waste geological disposal. Illustrative synthesis". *Colección de Documentos I+D de Enresa y Consejo de Seguridad Nuclear* 11: 107-115.

Criado, A. J.; Martínez, J. A.; Dietz, C.; Bravo, E.; Criado Martín, A. J.; Arévalo, R.; Jiménez, J. M. 2004: "A new method for datation of ancient steel samples using Vickers microhardness". *Characterization* 52: 145-151.

Criado, A. J.; Martínez, J. A. 2005: "Aplicación de los análogos a la evaluación de seguridad y comunicación del almacenamiento

geológico. Catálogo de análogos más significativos". *Colección de Documentos de I+D de Enresa y Consejo de Seguridad Nuclear* 13: 550-591.

Criado, A. J.; Martínez, J. A.; Dietz, C.; Criado Martín, A. J.; Arévalo, R.; Guzmán, J.; Chamón, J.; Bravo, E. 2006: "Archaeologic analogues: microstructural changes by natural ageing in carbon steels". *Journal of Nuclear Materials* 349: 1-5.

Criado, A. J.; Martínez, J. A.; Dietz, C.; Chamón, J.; Arévalo, R.; Ramos, V.; Criado Martín; A. J.; Salinas, M. D. 2007: "A Metallographic Examination of a Toledo Steel Sword". *Praktische Metallographie* 44 (4): 172-181.

Criado, A. J.; Chamón, J.; Dietz, C.; García, L.; Arévalo, R.; Bravo, E.; Criado Martín, A. J.; Martínez, J. A. 2009: "An Archaeological Analogue for a Composite material of carbon Steel, Cooper and Magnetite". *Praktische Metallographie* 46 (8): 377-393.

Criado Martín, A. J.; Criado, A. J.; García, L.; San Nicolás, M. P.; Criado, A. 2009: "Los carburos de hierro como testigos de los ritos de cremación entre los pueblos prerromanos de la Península Ibérica: algunos ejemplos". *SPAL* 18: 105-130.

De Hoz, J. 1993: "La lengua y la escritura ibérica y las lenguas de los íberos". *Actas del V Coloquio de lenguas y culturas prerromanas (Salamanca 1993)*. Ediciones Universidad de Salamanca, Salamanca: 635-666.

Domergue, C. 1980: *Catalogue des Mines et des fonderies antiques de la Península Iberique*. Casa de Velazquez. Madrid.

Enzo, S.; Bazzoni, M.; Mazzarello, V.; Piga, G.; Bandiera, P.; Melis, P. 2007: "A study by thermal treatment and X-ray powder diffraction on burnt fragmented bones from tombs II, IV and IX belonging to the hypogeic



necropolis of "Sa Figu" near Ittiri, Sassari (Sardinia, Italy)". *Journal of Archaeological Science* 37: 1731-1737.

Estacio da Veiga, S. F. M. 1889: *Antiguidades Monumentaes do Algarve*. Museu Etnográfico Português. Lisboa.

Etxeberría, F. 1992: "Aspectos macroscópicos del tejido óseo sometido al efecto de las altas temperaturas. Aportación al estudio de las cremaciones". *Revista Española de Medicina Legal* 72-73: 159-163.

Fernández-Chicarro; C. 1963: "Catálogo de la Exposición de Arqueología celebrada en Sevilla con motivo del Congreso". *Actas del VII Congreso Nacional de Arqueología (Zaragoza 1963)*. Universidad de Zaragoza, Zaragoza: 99-114.

Fernández de Castro, M. C. 1997: *La Prehistoria de la Península Ibérica*. Crítica-Grijalbo Mondadori. Barcelona.

Ferrer, C; Amigó, V. 2003: *Tecnología de Materiales*. Universidad Politécnica de Valencia. Valencia.

Filloy Nieva, I. 2002: "Los puñales con empuñadura globular de frontón en la necrópolis de la II Edad del Hierro de La Hoya (Laguardia, Álava)". *Gladius* XXII: 57-72.

García Cardiel, J. 2008: "Pozo Moro. La construcción de una identidad en el mundo ibérico". *Arqueoweb* 10: 1-42.

García Raya, M. C. 1999: "Aportaciones coloniales a las creencias funerarias ibéricas". *Espacio, Tiempo y Forma, Serie II*, 12: 291-307.

Gómez Bellard, F. 1996: "El análisis antropológico de las cremaciones". *Complutum Extra* 6 (II): 55-64.

Gómez Ramos; P. 1997: "Historiografía de la metalurgia en España". *Boletín de la Asociación Española de Amigos de la Arqueología* 37: 139-150.

Gómez Ramos, P. 1999: *Obtención de metales de la Prehistoria de la Península Ibérica*. BAR, Int. Series, 753, ARCHEOPRESS. Oxford.

Gonçalves; V. S. 1989: *Megalíticos e metalurgia no Alto Algarve Oriental*. Instituto Nacional de Investigaçao Científica. Lisboa.

Griñó, B. 1986-87: "Los puñales tipo Monte Bernorio-Miraveche". *Zephyrus* 39-40: 297-306.

Harrison, R. J.; Craddock, P. T.; Hugues, M. J.: "A study of the Bronze Age Metalwork from the Iberian Peninsula in the British Museum". *Ampurias* 43: 113-179.

Hartmann, A. 1982: *Prähistorische Goldfunde aus Europa*. Studien zu den Anfängen der Metallurgie, 3 (2). Mann, Berlín.

Hernández García, J. 2005: "Ánforas vinarias en la necrópolis de incineración de Águilas. El uso del vino en los rituales funerarios romanos". *Edit. Um* 12: 101-118.

Hummel, S.; Schutkowski, H.; Herrmann, B. 1988: "Advances in Cremation Research". *En Actes des 3èmes Journées, Anthropologiques Notes et Monographies Techniques (París 1988)*. No. 24, París: 177-194.

Jiménez Díaz, J. A. 1993: *Historiografía de la Pre y Protohistoria de la Península Ibérica en el Siglo XIX*. Universidad Complutense. Madrid.

Jiménez Peris, F. J.; Hernández Olivares, F. 1999: "Estabilidad al fuego de estructuras de acero protegidas". *Montajes e Instalaciones* Febrero 1999: 37-42.

Jimeno, A. 2011: "Las ciudades celtibéricas de la Meseta Oriental". *Complutum* 22(2): 223-276.

Jones, S.; Legge, F.; Ryan, K.; Szamboti, A.; Gourley, J. 2008: "Fourteen Points of Agreement with Official Government Reports on the World

Trade Centre Destruction". *The Opne Civil Engineering Journal* 2, ISSUE 1: 35-40.

Jordá, J. F.; Marín, C.; García-Guinea, J. 2008: "Arqueometría en el Castro de San Chuís". *Férvedes* 5: 53-62.

Jordá, J. F. 2009: "Descubriendo el Castro de San Chuís (Allande, Asturias): nuevas aportaciones al conocimiento de la cronología radiocarbónica de los castros asturianos". *Entemu* XVI: 47-63.

Jordá Pardo, J.F., Marín Suárez, C.; García-Guinea, J. 2011: "Discovering San Chuis Hillfort (Northern Spain): Archaeometry, Craft Technologies, and Social Interpretation". En Tom Moore y Xosê-Lois Armada (eds.), *Atlantic Europe in the First Millennium BC. Crossing the Divide*. Oxford University Press: 488-505.

Jorge, J. 1987: "Christian Thomsen Jürgensen: una apreciación en el bicentenario de su nacimiento". *Acta Archaeologica* 58: 1-15.

Junghans, S.; Sangmeister, E.; Schöder, M. 1960: *Metallanalysen Kupfereitlicher und Frühbronzezeitlicher aus Europa*. Verlag Gebr. Mann. Berlín.

Junghans, S.; Sangmeister, E.; Schöder, M. 1968: *Studien zu den Anfängen der Metallurgie (SAM)*. Verlag Gebr. Mann. Berlín.

Liu, K. H.; Chan, H.; Notis M. R.; Pigott, V. C. 1984: "Analytical electron microscopy of early steel from Bacqah Valley (Jordan)". *Microbeam Analysis* 1984: 261-264.

Llanos, A. 1982: "Desarrollo del poblamiento protohistórico de La Rioja alavesa en base a la excavación del poblado de La Hoya (Laguardia-Álava)". *Zainak Cuadernos de Antropología-Etnografía* 1: 30-308.

López Cachero, F. J. 2008: "Necrópolis de incineración y arquitectura funeraria en el noreste de la Península Ibérica durante el Bronce Final y la Primera Edad del Hierro". *Complutum* 19: 139-171.

Lorrio, A. 2005: *Los celtíberos*. Biblioteca Archaeologica Hispana 25, Real Academia de la Historia, Universidad Complutense. Madrid.

Lucas Pellicer, M. R. 1992: "Sociedad y religión a través de las necrópolis ibéricas". En J. Blázquez Pérez y A. Del Val (coords.): Congreso de Arqueología ibérica (Madrid 1992). *Las necrópolis*. VARIA I: 190-221.

McKinley, J. I. 1997: "Bronze Age 'barrows' and funerary rites and rituals of cremation". *Proceedings of the Prehistoryc Society* 63: 129-145.

Mohen, P. 1992: *Metalurgia Prehistórica. Introducción a la Paleometalurgia*. Editorial Masson. Barcelona.

Montero Ruiz, I. 1994: *El origen de la Metalurgia en el Sureste Peninsular*. Instituto de Estudios Almerienses. Almería.

Montero Ruiz, I.; García Heras, M.; López Romero, E. 2007: "Arqueometría: cambios y tendencias actuales". *Trabajos de Prehistoria* 64 (1): 23-40.

Niveau de Villedary, A. M. 2006: "Banquetes rituales en la necrópolis púnica de Gadir". *Gerión* 24 (I): 35-64.

Peralta, E. 2000: *Los cántabros antes de Roma*. Real Academia de la Historia. Madrid.

Pereira, J. 2001: "El registro arqueológico de las cremaciones: una fuente para la reconstrucción del ritual funerario". En R. García Huerta y J. Morales Hervás: *Arqueología funeraria: las necrópolis de incineración*. Ediciones Universidad Castilla la Mancha. Cuenca: 11-35.

Piaskowski, J. 1961: "Metallographic investigations of ancient iron objects from the territory between the Oder and the basin of the Vistula river". *Journal of the Iron and Steel Institute*: 263-282.

Pollard, A.M.; Heron, C. 1996: *Archaeological Chemistry*. The Royal Society of Chemistry. Cambridge.

Porter, D. A.; Easterling, K. E. 1981: *Phase Transformation in Metals and Alloys*. Van Nostrand Reinhold Company Ltd. Londres.

Reed-Hill, R. E. 2009: *Physical Metallurgy Principles*. Van Nostrand. Nueva York.

Rodríguez de la Esperanza, M<sup>a</sup>. J. 2005: *Metalurgia y metalúrgicos en el valle del Ebro (c. 2900–1500 cal A.C.)*. Real Academia de la Historia. Institución Fernando el Católico. Madrid.

Rostoker, W.; Dvorak, J. 1977: *Interpretation of metallographic structures*. Academic Press Universidad de California. California.

Rothenberg, B; Blanco Freijeiro, A. 1981: *Exploración arqueometalúrgica de Huelva*. Río Tinto Minera S. A. y Labor S. A. Barcelona.

Rovira Llorens, S. 2004: "Tecnología Metalúrgica y cambio cultural en la Prehistoria de la Península Ibérica". *Norba Revista de Historia* 17: 9-40.

Ruiz, A.; Molinos, M. 1995: *Los íberos*. Crítica-Grijalbo Mondadori. Barcelona.

Ruiz Vélez, I. 2005: "La panoplia guerrera de la necrópolis de Villanueva de Teba". *Gladius XXV*: 5-82.

Salinas de Frías, M. 2006: *Los pueblos prerromanos de la Península Ibérica*. Akal. Madrid.

San Nicolás Pedraz, M. P.; Ruiz Bremón, M. 2001: *Arqueología y Antropología Ibéricas*. UNED Ediciones. Madrid.

Schubart, H. 1964: "Grabungen auf dem bronzezeitlichen Gräberfeld von Atalaia in Südportugal". *Madrider Mitteilungen* 5: 11-54.



Shugar, A. N.; Norris, M. R. 2003: "Roman Shears: Metallography, composition and a historical approach to investigation". *Archaeometallurgy in Europe, Proceedings* Vol. 1: 109-118.

Silva Cordero, A. F. 2004: "Nuevos datos para el conocimiento de la Necrópolis Norte". *Excavaciones arqueológicas de Mérida, Memoria 7*: 269-277.

Simón García, J. L. 1998: *La Metalurgia Prehistórica Valenciana*. Diputación Provincial de Valencia. Valencia.

Siret, E. 1890: *Las primeras edades del metal en el Sudeste de España*. Editorial Martorell. Barcelona.

Tavares da Silva, C.; Soares, J. 1984: "Resumos de Intervenções em Esocural (Montemor-o-Novo) e Monte da Tumba Torrão". *Clio Arqueologia* 1: 77-79.

Tavares da Silva, C.; Soares, J. 1985: "Monte da Tumba (Torrão): eine befestigtesiedlung der Kupferzeitim Baixo Alentejo (Portugal)". *Madrider Mitteilungen* 26: 1-21.

Tavares da Silva, C.; Soares, J. 1987: "O povoado fortificado calcolítico do Monte da Tumba. I-Escavação arqueológicas de 1982-1986 (resultados preliminares)". *Setúbal Arqueológica* 8: 29-81.

Taylor, E. 1976: "The structure of singularities in soap-bubble-like and soap-film-like minimal surfaces". *Annals of Mathematics* 103: 489-539.

Tylecote, R. F. 1964: "Metallurgy in Archaeology: A Prehistory of Metallurgy in the British Isles". *Technology and Culture* 5 (2): 254-255.

Tylecote, R. F. 1972: *A History of Metallurgy*. London Metal Society. Londres.

Tylecote, R. F.; Rothenberg, B.; Boydell, P.J. 1978: *Chalcolithic Copper Smelting*. London Institute for Archaeometallurgical. Londres.

Vander Voort, G. 2004: *Metallography and Microstructures. Metallography and Microstructures of Low-Carbon and Coated Steels*. Asm Metals Handbook. Asm International, Ohio.

Ventura, A.; Pizarro, G. 2010: "El Aqua Augusta (acueducto de Valdepuentes) y el abastecimiento de agua a Colonia Patricia Corduba: investigaciones recientes (2000-2010)". En *V Congreso de las Obras Públicas romanas (Córdoba 2010)*. Fundación FITOP, Córdoba: 175-204.

Viana, A.; Da Veiga Ferreira, O.; Formosinho, J. 1949: "Necrópolis de las Caldas de Monchique. Nuevas contribuciones para el conocimiento de la Edad del Bronce en el Algarve". *Archivo Español de Arqueología* 49: 291-312.

Vilaça, R.; Mérideth, C. 1997: "Metalurgia do Bronze Final da Beira Interior. Revisão dos dados à luz dos novos resultados". *Estudos Pré-historicos* 5: 123-154.

Walker, P. L.; Miller, K. P. 2005: "Time, Temperature, and Oxygen Availability: An Experimental Study of the Effects of Environmental Conditions on the Color and Organic Content of Cremated Bone". *American Journal of Physical Anthropology* 40S: 222-233.

Wells, C. 1960: "A study of Cremation". *Antiquity Journal* 86:133: 29-37.

Wheeler, T. S.; Maddin, R. 1980: "Metallurgy and Ancient Man". En Wertime, T. A.; Mulhy, J. D.: *The coming of the Age of Iron*. Yale University Press. New Haven-Londres: 99-126.

Yravedra, J.; Baena, J.; Arrizabalaga, A.; Iriarte, M. J. 2005: "El empleo de material óseo como combustible durante el Paleolítico Medio y Superior en el Cantábrico. Observaciones experimentales". *Museo de Altamira* 20. Monografías, Santander: 369-383.

## 9. WEBGRAFÍA

---



Criado, A. J. 2008: *Estructuras metalográficas de aleaciones hierro-carbono: aceros al carbono y fundiciones*. Madrid.  
<http://www.antoniocriado.es/pdf/Libro%20ACERO&FUNDICIONES.pdf>.

Consulta: 10-I-2009

Giner, D. "(<http://paleorama.wordpress.com/2011/07/28/arqueologia-recuperados-cuerpos-de-un-incendio-del-350-a-c/>)" (Consulta: 10-II-2012).

Montero Ruiz, I.; Rovira Llorens, S. 2002: "Estudio sobre metales arqueológicos quemados". En Clodoaldo Roldán: IV Congreso Nacional de Arqueometría. Valencia.  
<http://digital.csic.es/bitstream/10261/8263/1/Metales%20quemados.pdf>  
(Consulta 20-XII-2011).

(<http://www.museodeburgos.com>) (Consulta: 10-II-2012).