

Datación de eventos arqueológicos por luminiscencia: incendios y estructuras ligadas al fuego en Ciudad de Vascos

Jorge Sanjurjo-Sánchez (1), Miguel Gómez-Heras (2), Rafael Fort (2), Mónica Álvarez de Buergo (2), Ricardo Izquierdo Benito (3) y Miguel Ángel Bru (4)

(1) Instituto Universitario de Geología "Isidro Parga Pondal". Universidade da Coruña, (2) Instituto de Geociencias IGEO (CSIC,UCM) Madrid, (3) Facultad Humanidades. Universidad de Castilla La Mancha, Toledo, (4) Dep. Prehistoria y Arqueología. Universidad Autónoma de Madrid

(1) jsanjurjo@udc.es, (2) miguel.gomez.heras@gmail.com, (3) rafael.fort@csic.es, (4) alvarezm@geo.ucm.es, (5) ricardo.ibenito@uclm.es, (6) miguel_bru@hotmail.com

Resumen. En el devenir histórico del patrimonio arquitectónico es relativamente frecuente que se hayan producido incendios que hayan afectado al menos a una parte de los edificios o incluso que haya estructuras ligadas al fuego. Los fuegos, desde un punto de vista arqueológico, pueden estar ligados a una actividad humana concreta o a eventos cuya relevancia histórica puede ser importante, como conflictos bélicos o incendios accidentales. En ausencia de documentación histórica que haga referencia a ellos, los efectos del fuego pueden ser reconocidos con relativa facilidad ya que suelen causar daños en los materiales pétreos de estructuras (p.e. sillares de roca, ladrillos), desde una simple decoloración hasta daños considerables como roturas, descamaciones o pérdidas importantes de masa. Estos daños permiten potencialmente estudiar también su efecto: desde conocer su extensión (a que zonas de una estructura o edificio han afectado) y su virulencia (que temperatura han alcanzado) hasta su datación (el momento en que se produjeron). En los últimos años se han propuesto y puesto a prueba diversos procedimientos para conocer la temperatura alcanzada por estos fuegos y existen varias técnicas que han permitido datarlos, como el arqueomagnetismo. Estos procedimientos, se han aplicado sobre todo a estructuras ligadas al fuego, como hornos y hogares. Sin embargo, no se han aplicado con la misma frecuencia a fuegos accidentales. En este trabajo, se expone un procedimiento para la datación y el estudio de la temperatura alcanzada en tres tipos de fuegos ligados a la historia del yacimiento de Ciudad de Vascos (Navalmoralejo, Toledo). Este yacimiento fue una ciudad andalusí, fundada en el siglo IX y habitada hasta el siglo XII, cuyas estructuras arquitectónicas más relevantes se sitúan en el siglo X. En él, se han estudiado y datado tres tipos de fuegos (un horno, una deflagración y un fuego teóricamente intencionado) por medio de termoluminiscencia (TL) y luminiscencia ópticamente estimulada (OSL). Estos fuegos se produjeron en superficies de roca granítica, en los que los efectos del fuego causaron termoclastia, cambios cromáticos e incrementos de porosidad en las rocas afectadas, lo que indica que la temperatura de estos superó los 300°C. Los resultados de los análisis han permitido observar que los fuegos alcanzaron temperaturas en el entorno de los 450-500°C y también datar los momentos en que se produjeron, proporcionándose así una nueva herramienta para datar y contrastar otros métodos de datación de eventos arqueológicos.

Dating of archaeological events by luminescence: fires and structures linked to fire in Ciudad de Vascos

In the historical development of the architectural heritage it is relatively frequent that fires have occurred that have affected at least part of the buildings or even that there are structures linked to the fire. Fires, from an archaeological point of view, may be linked to a specific human activity or to



events whose historical relevance may be important, such as war or accidental fires. In the absence of historical documentation referring to them, the effects of fire can be recognized with relative ease since they often cause damage to stone materials of structures (eg stone blocks, bricks), from simple discoloration to considerable damages such as breakage, significant flaking or loss of mass. This damage potentially permits to study its effect: from its extent (to what areas of a structure or building it has affected) and its virulence (at what temperature have reached) until its dating (the moment in which they occurred). In recent years various procedures have been proposed and tested to know the temperature reached by these fires and there are several techniques that have allowed them to date, such as archeomagnetism. These procedures have mainly been applied to structures linked to fire, such as ovens and fireplaces. However, they have not been applied with the same frequency to accidental fires. In this work, a procedure for the dating and the study of the temperature reached in three types of fires related to the history of the site of the City of Basques (Navalmoralejo, Toledo) is presented. This site was an Andalusian city, founded in the 9th century and inhabited until the 12th century, whose most important architectural structures are dated in the 10th century. Three types of fires have been studied and dated (an oven, a deflagration and a theoretically intentional fire) by means of thermoluminescence (TL) and optically stimulated luminescence (OSL). These fires occurred on granite rock surfaces, in which the effects of fire caused thermoclasts, chromatic changes and porosity increases in the affected rocks, indicating that the temperature of these rocks exceeded 300°C. The results of the analyzes showed that the fires reached temperatures around 450-500 ° C and also date the times they occurred, thus providing a new tool to date and contrast other methods of dating archaeological events.

1 Introducción

Habitualmente, los edificios históricos, sobre todo los más antiguos han sufrido algún incendio parcial o total, de modo que de alguna manera han experimentado los efectos del fuego. Los orígenes de estos fuegos pueden ser varios: desde causas "excepcionales" (incendios premeditados o accidentales), a ser parte de la función de ciertas estructuras como los hornos. El fuego puede causar daños catastróficos rápidos y efectos a largo plazo sobre los materiales de construcción, incluso los pétreos [Gom09].

En rocas graníticas y otras rocas, el desajuste de la expansión térmica causado por un gran aumento de la temperatura causa una fracturación inmediata [Gom06a, Vaz15]. Cuanto más compacta es la roca, mayor es el aumento de la porosidad por ese impacto [Gom06b]. La decoloración causada por la oxidación térmica al alcanzarse los 300°C es otro de los efectos conspicuos del fuego en rocas [Hai04, Kom14] y un solo evento puede causar daños permanentes [McC10]. La datación de incendios y estimar las temperaturas alcanzadas por éstos en la superficie de rocas permitiría formular hipótesis sobre sus causas y comprender el nivel de daño causado a largo plazo, pero los métodos existentes de datación no siempre han sido exitosos, mientras que los de estimación de la temperatura son imprecisos. En este trabajo se han realizado ensayos de laboratorio para evaluar la temperatura alcanzada por superficies de roca granitoide en estructuras históricas debido a fuegos antiguos y se han datado éstos por luminiscencia.

1.1 Yacimiento objeto de estudio

"Ciudad de Vascos" es un asentamiento medieval fortificado (Fig. 1a). Era una ciudad de Omeida (medina) en al-Andalus, fundada probablemente en el siglo IX y habitada hasta el siglo XII [Izq05]. Está situada en la provincia de Toledo, sobre una colina granítica y tiene una superficie de 8 Ha, rodeada de una muralla de piedra (Figs. 1a, 1b). El yacimiento fue estudiado desde 1975 hasta la actualidad [Izq05]. Era un asentamiento estratégico fronterizo de al-Andalus, cerca del Río Tajo, de importancia política (aunque inestable desde inicios del siglo IX), y económica al haber minas de hierro en las cercanías. En 1085 el rey cristiano Alfonso VI conquistó Toledo, y esta área se convirtió en una frontera inestable con ataques continuos de Almorávides, con lo que fue gradualmente abandonado [Jim49]. Actualmente, varias superficies de roca de estructuras diversas muestran evidencias de haber sido afectadas por fuego en el pasado.

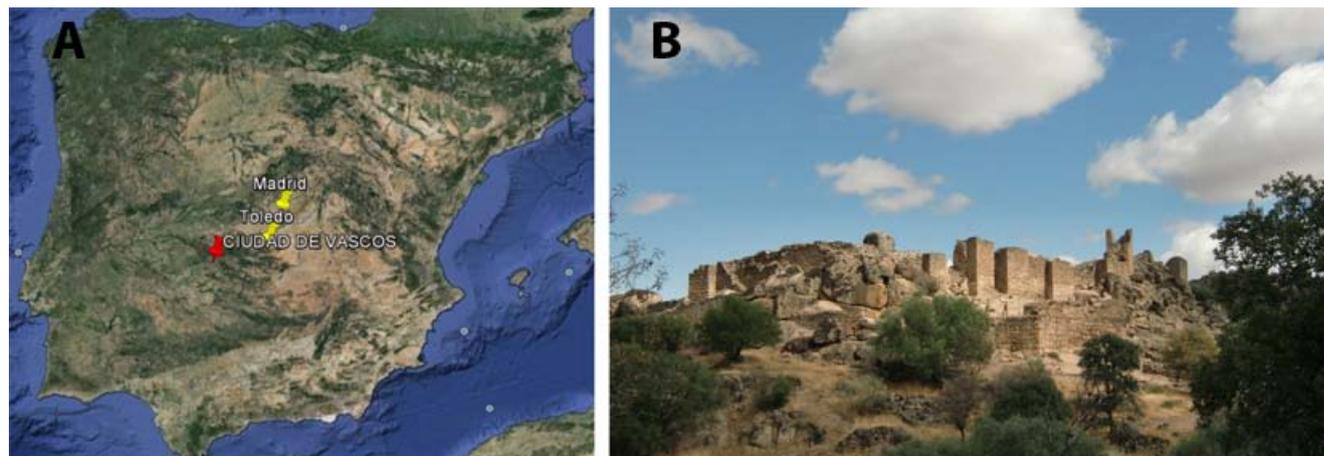


Figura 1 - "Ciudad de Vascos"

2 Antecedentes

Los métodos de datación absolutos proporcionan rangos de edad numéricos para materiales geológicos y arqueológicos. Pueden aplicarse a algunos materiales de construcción orgánicos (p.e. madera) o inorgánicos (p.e. ladrillos). Sin embargo, fechar ciertos acontecimientos, tales como fuegos que afectaron a esos materiales, resulta más complejo. En el caso de estructuras ligadas al fuego (p.e. hornos) es posible hacerlo, aunque frecuentemente se hace de forma indirecta, usando carbones o restos cerámicos asociados [Zac06]. Solo algunas técnicas permiten la datación directa como la luminiscencia o el arqueomagnetismo [Bro12, Tem15, Kon15]. En el caso de incendios accidentales, las altas temperaturas podrían inducir teóricamente un efecto similar al observado en las estructuras de fuego, permitiendo el uso de los mismos métodos, aunque todavía no se ha utilizado comprobado este efecto en materiales de construcción. Si se ha estudiado el uso de la luminiscencia para estimar la intensidad de incendios en materiales pétreos [Bro12, Dut05].

Se han propuesto y probado diversos métodos analíticos para determinar la temperatura de cocción de materiales pétreos como las cerámicas, la mayoría basándose en la suposición de que los minerales sufren transformaciones físicas y químicas durante el calentamiento. Algunas técnicas se basan en identificar los minerales en esos materiales (por ejemplo, microscopía petrográfica, difracción de rayos X o espectroscopía infrarroja) y otras en análisis térmicos (por ejemplo, análisis térmico diferencial y análisis termogravimétrico) pero siempre obteniendo resultados imprecisos entre 300°C y 900°C [Ric87, Mor95, Dre11]. Alternativamente, la resonancia de espín electrónico (ESR) y la termoluminiscencia (TL) se han utilizado con éxito [Dut05, Ric87, War81, Ait85, Gok89, Kou06, Pol06, Pol13], siendo la luminiscencia la técnica más utilizada, ya que la sensibilidad a la luminiscencia y la señal de TL en minerales cambian con ciertos estímulos, incluyendo exposiciones a altas temperaturas [Gok89]. El cuarzo ha sido el mineral preferido para este propósito, generalmente a través de la sensibilización de la señal [Ait85, Sun82, Wat85, Kou96, Cha00], ya que se considera un buen paleotermómetro aplicable a exposiciones a temperaturas moderadas (<500°C) [Kou96, Cha00], y ofrece resultados utilizando pequeñas cantidades de muestra. Otros estudios han usado la evolución de la señal geológica para conocer la exposición térmica en estructuras de fuego experimentales [Spe94] o a altas temperaturas en cerámicas antiguas [Spe12]. Otros estudios se han centrado en la forma de la curva de TL [Roq04, Vie07] o en la intensidad de la curva TL total en sedimentos [Bro12] con buenos resultados.

Broadard et al. [Bro12, Bro15] estudiaron los efectos de la temperatura en las señales de TL de sedimentos afectados por fuego y realizaron pruebas experimentales en diferentes tipos de sedimentos. También estudiaron los efectos del agua presente en los materiales quemados y la atenuación térmica con la distancia a un foco de fuego, estableciendo un modelo de la propagación térmica considerando la temperatura y duración del fuego, la repetición de éste y el contenido de agua del material afectado [Bro12]. La TL también se ha probado en la arena de cementos afectados por fuegos accidentales, comparando la pérdida de la señal de TL con muestras quemadas experimentalmente a diferentes temperaturas con resultados prometedores pero imprecisos. Otros estudios han tratado de evaluar la temperatura mediante la intensidad de la señal TL de muestras tomadas a diferentes profundidades de superficies de hormigón quemado [Che87, Pei97]. Este enfoque permitió evaluar la temperatura con baja precisión, debido al efecto de la duración del fuego en la señal TL.

En este trabajo se ha utilizado la sensibilización del pico 110°C del cuarzo para evaluar la temperatura alcanzada en un tipo de roca granítica expuesta a varios tipos de fuego. La curva de TL de cuarzo muestra cuatro picos principales [Fra95]. Uno de ellos, el pico 110°C, fue estudiado por primera vez por Zimmerman [Zim71] y Sunta y David [Sun82] que utilizaron evaluaron la temperatura alcanzado por cuarzo de cerámicas con precisión, utilizando una técnica denominada pre-dosis. Sin embargo, trabajos posteriores demostraron que no era aplicable a todos los casos [Wat85, Kou06]. A pesar de ello, se puede correlacionar dicho pico con el historial térmico de una muestra, al menos dentro del rango de



temperatura entre 200°C y 500°C, aunque existen otros factores, como la velocidad de enfriamiento que deben ser considerados [Ait85, Cha00, Bøt95, Kou96, Spe96]. El pico de 110°C TL ha sido utilizado recientemente y comparado con otros protocolos para evaluar la temperatura de cocción de un incendio accidental en una superficie de arenisca, proporcionando buenos resultados [San13], aunque aún es necesario realizar estudios adicionales sobre los efectos de otros factores sobre la señal de luminiscencia, como han hecho Brodard et al. [Bro12, Bro15] en sedimentos. Comparamos aquí superficies de roca hipotéticamente expuestas a diferentes tipos de incendios (con diferentes duraciones pero temperaturas hipotéticamente no superiores a 500°C) para evaluar la información dada por la sensibilización del pico de cuarzo de 110°C y toda la curva TL en una fracción polimineral.

3 Material y métodos

La roca de "Ciudad de Vascos" corresponde a un plutón hercínico (Aldeanueva de Barbaroya) de granito peraluminico que intruyó series metasedimentarias [MAG89]. El granitoide presenta textura inequigranular, de tamaño medio a grueso, con tendencia a la textura microporfírica. Se realizó una caracterización petrográfica con un microscopio óptico de luz polarizada Olympus BX 51, conectado a una cámara digital Olympus DP 12 y software Olympus DP-Soft (versión 3.2). Las láminas delgadas fueron teñidas con cobaltinitrito de sodio para diferenciar el feldespato potásico del cuarzo. La mineralogía principal es: cuarzo; Feldespato de potasio, plagioclasa, parcialmente alterada a sericita, cristales del grupo biotita con inclusiones de zircón y muscovita. Los minerales accesorios son andalusita, zirconio, apatita, sillimanita y minerales opacos.

Se han estudiado 3 muestras de granos de granito enrojecidos que muestran descamación y desagregación granular. La muestra V3 corresponde a un sillar individual, la V4 a una superficie de roca que forma parte de un muro de piedra enrojecido y la HEB a la superficie interna de un horno que muestra una corteza enrojecida de aproximadamente 10 cm de espesor.

La muestra V3 (Fig. 2a) corresponde a un sillar enrojecido (por oxidación térmica de tras exposición al menos a 300°C) rodeado de bloques no dañados, por lo que se especula que sea un bloque "reciclado" previamente quemado o que fue expuesto en la extracción en cantera, ya que cuñas y fuegos fueron utilizados históricamente para este propósito [Hed15]. Por lo tanto, la duración del fuego no debe ser superior a una o pocas horas.

La muestra V4 (Fig. 2b) corresponde a una corteza roja de parte de un muro de piedra, y que alcanza un espesor de 2-3 cm, lo que significa que la temperatura no superó los 300°C a 3 cm de profundidad. No se observa desagregación granular, por lo que no se produjo la transición de cuarzo alfa a beta (573°C) y el fuego no duró lo suficiente como para generar daño físico intenso. Se especula que la causa fue una deflagración, es decir, un proceso térmico que consumen rápidamente todo el combustible disponible de la fuente de ignición hacia el exterior, alcanzando una temperatura más baja [IAF15]. Por lo tanto, la duración del fuego debió ser corta (segundos o minutos).

El granito de la muestra del horno (muestras HEB) muestra una capa enrojecida de aproximadamente 10 cm de grosor (Fig. 2c). Se observa endurecimiento superficial en relación con la masa de la capa roja, que muestra una notable pérdida de cohesión en comparación con la roca sana. Los cristales individuales, tanto de cuarzo como de feldespato, aparecen fracturados. El enrojecimiento es más intenso en los feldespatos alcalinos, así como en áreas con minerales ricos en Fe, especialmente los del grupo biotita. La capa enrojecida muestra grietas paralelas a la superficie quemada con desprendimiento ocasional. Aunque la superficie endurecida lo mantiene coherente, el estado de conservación es malo, con desagregación granular intensa. Dado que la muestra corresponde a un horno, su uso continuo indicaría fuegos continuos de probablemente horas de duración.

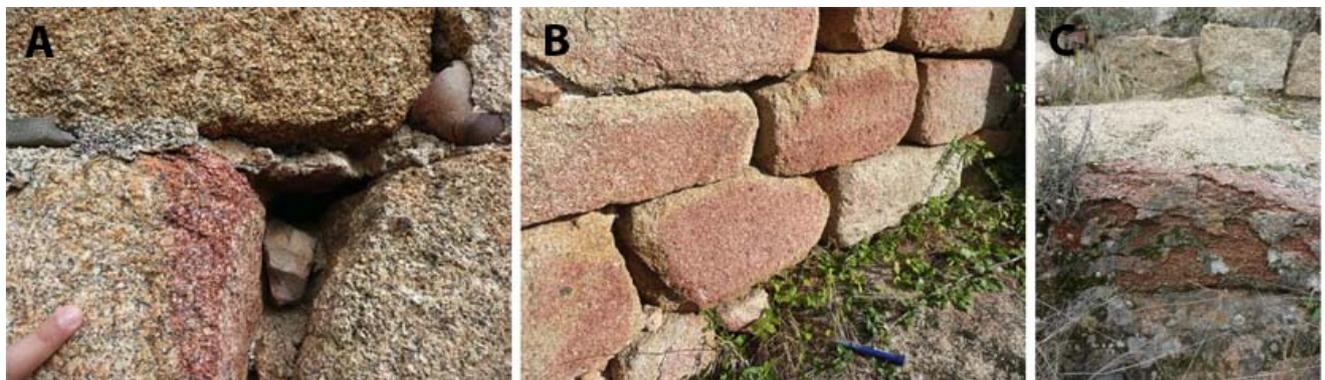


Figura 2 - Muestras de granos de granito enrojecidos que muestran descamación y desagregación granular.



Para la muestra V3 y V4 se eliminaron los 0,5 cm exteriores de la superficie con una sierra refrigerada por agua. Para la muestra V3 se obtuvo la porción de ~ 3 cm más superficial para los análisis de luminiscencia. En la V4 se obtuvo por separado una muestra de superficie (V4a) y la parte interna a ~3,5 cm de profundidad (V4b). En la muestra del horno (HEB) se tomó una sección transversal de 5,5 cm de espesor desde la superficie y se cortó para obtener 4 muestras tras eliminar el primer centímetro exterior.

Todos los procedimientos de preparación de muestra y análisis de luminiscencia fueron realizados en el Laboratorio de Luminiscencia de la Universidade da Coruña. Los detalles se han explicado en otra publicación [San16]. Para los procedimientos de estimación de la temperatura se compararon los resultados de dos protocolos diferentes, el TAC (Thermal Activation Characteristics) propuesto por Goksu et al. [Gok89] y la erosión de la curva TL polimineral, siguiendo las propuestas de Placido [Pla80] y Chew et al. [Che87].

Para la datación por luminiscencia se utilizó tanto TL como luminiscencia ópticamente estimulada (OSL). Para ello, se aplicó el protocolo SAR en granos de cuarzo de la fracción de arena fina, extraídos de las muestras de roca [Mur00]. Los detalles de los procedimientos se explican con detalle en [San16].

La dosis anual se estimó a partir del contenido de K, U y Th en las muestras. El contenido de K se estimó por espectrometría de fluorescencia de rayos X mientras que el de U y Th fueron estimados mediante espectrometría de Masas de Plasma Acoplado Inductivamente (ICP-MS). Para calcular la dosis anual se utilizaron los factores de conversión de Guerin et al. [Gue11]. Los detalles de los cálculos se explican en [San16]. En el caso de las muestras del horno (HBE), la radiación gamma no pudo ser completamente estimada, dado que esta radiación procede de los materiales situados a una distancia de unos 25-30 cm de radio en una esfera imaginaria en el entorno del punto de muestreo. Sin embargo, el horno fue excavado hace más de 30 años [Izq83], por lo que el aporte de radiación gamma del sedimento retirado se desconoce, lo que implicará una sobreestimación de la edad en estas muestras. Para las muestras V3 y V4, ningún sedimento cubrió las superficies de piedra actuales, por lo que no existe el mismo problema.

La tasa de radiación cósmica es especialmente compleja de calcular en este tipo de superficies. Se usó el procedimiento propuesto por Prescott y Hutton [Pre94]. En superficies verticales, el efecto de apantallamiento geométrico es muy problemático y difícil de corregir en ángulos más allá de ~ 25° [Dun10], como ocurre en este caso. En superficies verticales, la tasa de producción de nucleidos cosmogénicos se considera la mitad de la de una superficie horizontal sin obstrucciones. Esta tasa se considera válida desde aproximadamente dos veces la distancia de atenuación vertical, donde coincide con la disminución del 50% con respecto al apantallamiento geométrico [Dun99]. Sin embargo, en la misma zona hay otros obstáculos que causan apantallamiento (el horno no está en la cima de una colina), por lo que no es posible evaluar dicho efecto. De hecho, en trabajos de datación por luminiscencia de rocas en construcciones antiguas no han abordado este problema en detalle [Liz13] por lo que se optó por considerar el método de Prescott y Hutton [Pre94]. En cualquier caso, la dosis cósmica sólo corresponde a un 1,5-5% de la dosis total estimada.

4 Resultados

El análisis de las curvas TL de alícuotas polimerales muestra la erosión de la señal TL, lo que permite obtener información sobre las condiciones del fuego. Como se mencionó anteriormente, la duración de los incendios en el horno (HBE) debería ser más larga (probablemente más de 1 hora) siempre a temperaturas máximas similares, suponiendo que el horno tenía un uso doméstico [Izq83]. Teniendo en cuenta que se utilizó continuamente en el pasado, durante el tiempo de ocupación del yacimiento se puede suponer un largo período de tiempo de exposición a temperaturas similares. Por el contrario, suponiendo que V4 corresponde a una deflagración, la duración del fuego debe ser muy corta (¿sólo unos segundos?). Sin embargo, no tenemos información sobre la duración del fuego de la muestra V3, aunque podemos asumir un solo evento de fuego para esta muestra. Así, utilizaremos las curvas del horno (HEB) y la deflagración (V4) para evaluar el posible efecto de la duración del fuego en la señal TL. En cuanto a la temperatura del fuego, todas las muestras muestran enrojecimiento superficial indicativo de oxidación térmica en minerales ricos en Fe típica tras alcanzarse temperaturas de 300°C o más.

Comparando las curvas TL de las muestras del horno podemos observar dos picos principales: uno dentro del rango de ~ 260-280°C y otro dentro del rango ~ 420-440°C (Fig. 3). Se puede observar una correlación de altura del pico TL/profundidad de la muestra, siendo el pico de la muestra más interna el más intenso (4-5 cm de profundidad). Además, el pico de ~ 420-440°C es despreciable en las muestras más externas (0-2 cm de profundidad), débil en la muestra media (2-3 cm) y más intenso en las muestras más internas (3-5 cm de profundidad). Como el tiempo de exposición al fuego es el mismo, esto se debe al efecto de la temperatura máxima alcanzada por el fuego. Un comportamiento similar fue observado por Pei et al. [Pei97]. Al comparar estas observaciones con las de Placido [Pla80], la temperatura del fuego no debe ser alta, ya que las temperaturas cercanas a 400°C eliminan completamente la señal TL en pocos minutos mientras que las temperaturas próximas a 200-300°C eliminan el pico ~ 260-280°C en minutos y el ~ 440°C en horas. Esto también es compatible con otros estudios previos [Roq04].

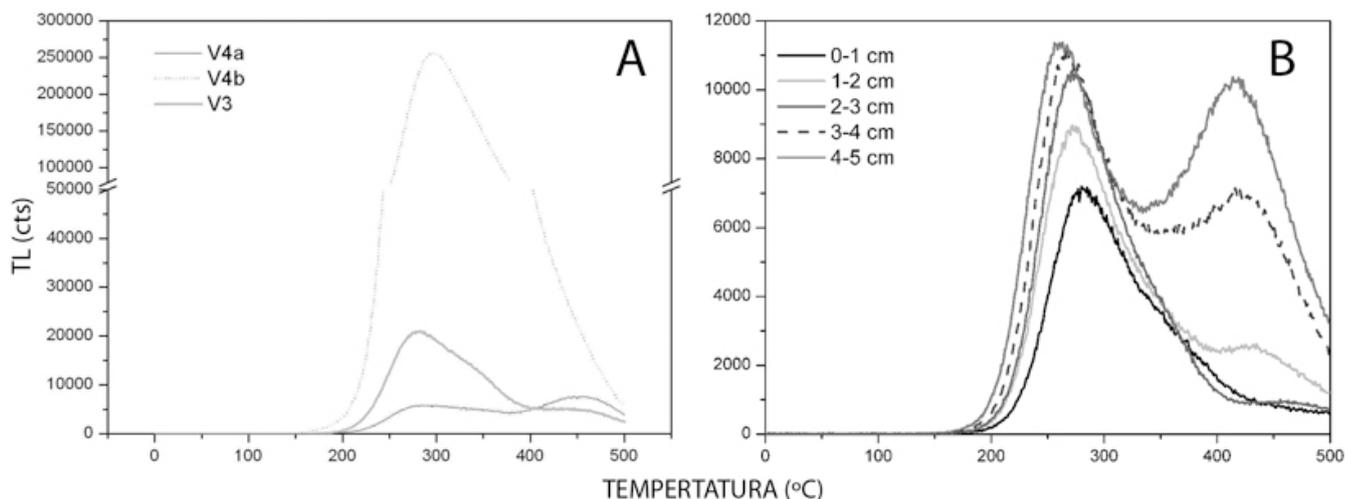


Figura 3 - Las curvas TL de las muestras del horno

Para la muestra V4 sólo tenemos una superficie y una muestra interna para comparar, pero se observa una diferencia clara entre ambas: un pico muy intenso de ~ 260-280°C en la muestra interna y picos poco intensos de ~ 260-280°C y ~ 420-440°C en la superficial (Fig. 3). Esto indica que probablemente la temperatura alcanzada a la profundidad de la muestra V4b fue muy baja (por debajo de 200°C) y no afectó a la señal TL. Sin embargo, en la muestra superficial V4a la temperatura tampoco debió ser muy elevada (¿alrededor de 300°C?) aunque si debió durar un tiempo relativamente prolongado (¿pocas horas?).

Por el contrario, la muestra V3 muestra un pico intenso de ~ 260-280°C y débil en ~ 420-440°C (figura 3). El tiempo de deflagración fue probablemente de unos segundos y la temperatura no mucho mayor que 300°C. Los resultados del TAC se ajustan a estas observaciones (Tabla 1 y figura 4), indicando que las temperaturas máximas fueron de 400±50°C para la muestra V3 y 450±50°C V4a, siendo inferior para V4b (300±50°C). En todos los casos, parece que la temperatura alcanzada fue suficiente para eliminar las señales TL y OSL de las muestras estudiadas, permitiéndonos aplicar procedimientos de datación por luminiscencia para fechar los incendios estudiados.

Tabla 1 - Datos de las muestras estudiadas

Muestra	Estructura	Profundidad (cm)	Edad esperada	Details
V3	Bloque parcialmente rubefactado en un muro	0-3	≤s. IX 9?	¿Fuego para extracción en cantera?
HEB-1C	Superficie interior de horno	0.5-1.5	s. IX-X	Fuego prolongado (0-6 cm)
HEB-2C	Superficie interior de horno	1.6-2.5	s. IX-X	Fuego prolongado (0-6 cm)
HEB-3C	Superficie interior de horno	2.6-3.5	s. IX-X	Fuego prolongado (0-6 cm)
HEB-4C	Superficie interior de horno	3.6-4.5	s. IX-X	Fuego prolongado (0-6 cm)
HEB-5C	Superficie interior de horno	4.6-5.5	s. IX-X	Fuego prolongado (0-6 cm)
V4a	Superficie de bloques rubefactados	0-2.5	s. IX-X	¿Deflagración?
V4b	Superficie de bloques rubefactados	2.6-6	s. IX-X	¿Deflagración?

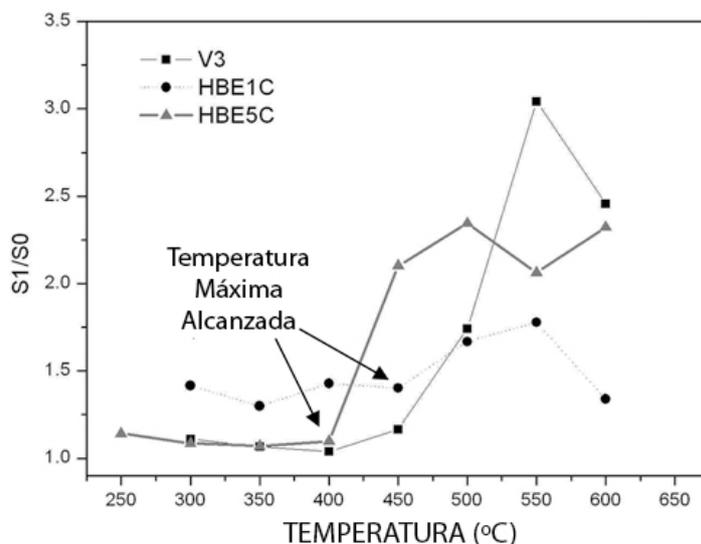


Figura 4 - Los resultados del TAC

Los resultados de los análisis de K, U y Th se pueden observar en la tabla 2. Para la evaluación de la tasa de dosis, se utilizó el contenido de K, U y Th de las muestras (Tabla 2). A partir de estos datos geoquímicos se han estimado las dosis anuales beta y gamma que van desde $4,31\pm 0,78$ a $4,44\pm 0,81$ mGy/a, y $2,13\pm 0,11$ a $2,91\pm 0,11$ mGy/a, respectivamente, teniendo en cuenta la falta de datos sobre la dosis gamma en las muestras del horno. También debe considerarse que dosis gamma para cada muestra de horno (HEB) es diferente, dependiendo de la profundidad de la muestra (Tablas 1 y 2).

Tabla 2 - Concentración de U, Th y K, y dosis estimadas en las muestras para la datación por luminiscencia.

Muestra	Tamaño de grano (μm)	U (ppm)	Th (ppm)	K (%)	Dosis beta (mGy/a)	Dosis gamma (mGy/a)	Dosis cósmica (mGy/a)	Dosis anual (mGy/a)
V3	90-180	5.23 ± 0.26	23.03 ± 1.15	4.42 ± 0.04	4.36 ± 1.56	2.81 ± 0.11	0.16 ± 0.01	7.33 ± 0.36
HEB-1C	90-180	5.92 ± 0.30	18.63 ± 0.93	4.37 ± 0.04	4.31 ± 1.54	2.36 ± 0.11	0.23 ± 0.01	6.90 ± 0.37
HEB-2C	90-180	-	-	-	-	2.55 ± 0.11	-	7.09 ± 0.36
HEB-3C	90-180	-	-	-	-	2.78 ± 0.11	-	7.32 ± 0.36
HEB-4C	180-250	-	-	-	-	3.01 ± 0.11	-	7.55 ± 0.36
V4a	63-90	9.66 ± 0.48	14.26 ± 0.41	4.12 ± 0.04	4.44 ± 1.62	2.91 ± 0.11	0.12 ± 0.01	7.48 ± 0.37
V4b	63-90	-	-	-	-	$3.39\pm$	-	7.96 ± 0.37

Las curvas de crecimiento TL proporcionaron crecimientos lineales para todas las muestras. Los análisis de OSL proporcionaron señales de luminiscencia natural y regenerada intensas siendo V3 la muestra con sensibilidad más baja y HBE las muestras con mayor sensibilidad. La dosis equivalente se ha estimado a partir de la media ponderada de las alícuotas medidas por OSL (Tabla 3).

Tabla 3 - Método de luminiscencia usado, dosis equivalentes y edades obtenidas.

Muestra	Método	Alícuotas medidas	Dosis equivalente (Gy)	Edad (años)	Edad DC
V3	OSL	33	10.56 ± 0.55	1440 ± 103	574 ± 103
	TL	12	10.35 ± 2.37	1412 ± 330	599 ± 330
HEB-1C	OSL	34	9.61 ± 0.37	1393 ± 91	621 ± 91
	TL	12	9.63 ± 1.72	1359 ± 252	652 ± 252
HEB-2C	OSL	34	10.08 ± 0.34	1423 ± 88	591 ± 88
	TL	15	9.70 ± 1.70	1326 ± 241	685 ± 241
HEB-3C	OSL	34	9.87 ± 0.33	1349 ± 81	655 ± 81
	TL	13	9.77 ± 1.72	1294 ± 236	717 ± 236
HEB-4C	OSL	28	9.16 ± 0.36	1213 ± 76	798 ± 76
V4a	OSL	5	7.61 ± 1.59	1017 ± 219	994 ± 219
V4b	OSL	1	8.48 ± 2.51	1135 ± 337	876 ± 337



5 Discusión

La interpretación de nuestros resultados en combinación con los datos arqueológicos y petrológicos permite observar una gran consistencia entre éstos. La rubefacción observada en todas las superficies estudiadas muestra oxidación térmica en minerales ricos en Fe después de exposiciones a 300°C o más para la mayoría de las muestras. Por otra parte, el uso de las superficies estudiadas proporciona información del tiempo de exposición al fuego, siendo máximo en el horno, HBE (muchas horas) y mínimo en la muestra V4 (probablemente unos segundos). De hecho, para la muestra V4a (superficie), la falta de desagregación granular y el grosor de la zona rubefactada (pocos cm) indican que este bloque no estuvo bajo el efecto del fuego durante mucho tiempo. Además, la muestra V4b que corresponde a una profundidad de 2.6-6 cm, no muestra tal rubefacción. Esto es consistente con los resultados obtenidos con el protocolo de erosión de TL para la temperatura del fuego (figura 3b), siendo la temperatura alcanzada en esta superficie (V4a) cerca de 300°C y la muestra de 2.6-6 cm de profundidad alrededor de 200°C.

Para la muestra V3 existe una discrepancia entre los resultados obtenidos por ambos protocolos para evaluar la temperatura de cocción. No es fácil saber la causa de esto. Por un lado, no tenemos información sobre el tiempo de exposición al fuego de esta muestra. Por otra parte, no disponemos de otra submuestra o muestras de referencia a cierta profundidad para comparar la curva TL y evaluar su erosión. El protocolo TAC indicó una temperatura fue de $400 \pm 50^\circ\text{C}$. Comparando la forma de la curva TL, ésta es similar a la de las muestras más exteriores de horno (HBE-1C, HBE-2C y HBE-3C), por lo que interpretamos esto como una evidencia de una temperatura similar, pero la sensibilidad TL de la muestra V3 parece ser mayor, sin que se pueda saber la razón, a partir de los datos obtenidos.

Para el propósito de este trabajo, la superficie del horno es la más interesante. En este caso encajan los resultados de ambos protocolos. La causa más posible de esto es el tiempo muy largo de la exposición al fuego a una temperatura similar debido al uso doméstico del horno, teniendo en cuenta los datos arqueológicos [Izq83]. Además, el horno proporciona una secuencia completa de profundidad de superficie de la temperatura de cocción. Estas temperaturas oscilan entre $450 \pm 25^\circ\text{C}$ para las muestras más externas (HBE-1C, HBE-2C y HBE-3C) a 0-3 cm de profundidad y $400 \pm 25^\circ\text{C}$ para las capas más internas (a 3-5 cm de profundidad), siendo la atenuación de la temperatura en profundidad de $\sim 50 \pm 25^\circ\text{C}$ en ~ 3 cm, es decir, unos $\sim 17^\circ\text{C}/\text{cm}$ (± 8). Esta atenuación se puede comparar con las observadas por Brodard et al. [Bro15] en sedimentos arcillosos, que observaron una atenuación de $100^\circ\text{C}/\text{cm}$ con una temperatura superficial de $450\text{-}500^\circ\text{C}$. En este sentido, la conductividad térmica en granitos oscila normalmente entre 2.12 W/mK y 3.12 W / mK en rocas que no contienen agua y 2.99 W/mK a 3.62 W/mK en condiciones de saturación de agua [Cho09] mientras que en arcillas oscila entre 0.2 y 0.4 W/mK dependiendo del contenido de agua de las arcillas [Gua10, Bro12, Bro15]. Aunque no hemos realizado ninguna simulación numérica la conductividad térmica esperada en nuestras muestras debería ser del orden de 6-14 veces mayor que la conductividad de las arcillas, lo que encaja con los resultados obtenidos.

El uso de datación por luminiscencia (tanto TL como OSL) para evaluar la edad de la exposición al fuego también ha proporcionado resultados satisfactorios, aunque algunas consideraciones importantes deben tenerse en cuenta para interpretar las edades finales. Para la mayoría de las muestras, la edad obtenida por TL y OSL encaja, proporcionando edades más precisas la OSL (excepto para muestras V4, donde solo se realizó OSL debido a la escasez de cuarzo). Por lo tanto, las edades OSL han sido las utilizadas para estimar la edad. Teniendo en cuenta estos resultados, V3 corresponde a los siglos VI-VII. Es más antigua de lo esperado para el yacimiento (siglos X-XII), pero debe considerarse que la marca de fuego evidencia que el incendio no se produjo en el lugar actual del bloque, y se ha atribuido a los autores al uso del fuego para extraer bloques de la cantera, aunque también podría ser un bloque reutilizado. Así, este resultado es consistente con las expectativas arqueológicas. La edad de la muestra V4 corresponderá a los siglos IX-XIII proporcionando una edad aparentemente coherente con los datos arqueológicos. Desafortunadamente, la escasez de muestra y su baja sensibilidad proporciona un error excesivamente grande.

La edad de las muestras de horno también es interesante para comprobar la fiabilidad de la luminiscencia para fechar los incendios antiguos. Sin embargo, en este caso se trata de estimaciones que a priori sobreestimarán la edad arqueológica, debido a la imposibilidad de conocer el contenido en isótopos radiactivos del sedimento que lo cubría cuando se excavó [Izq83]. En la muestra más externa (HEB-1C) la contribución de este sedimento a la dosis gamma representa algo menos del 50% del volumen de materiales que rodea el punto de muestreo, por lo que este efecto sería mayor. Es, por lo tanto, esperable, que las muestras internas presenten una edad menos sobreestimada. Así, la muestra más externa (HEB-1C) que corresponde a la profundidad de 0,5-1,5 cm, proporciona una edad que corresponde a los siglos VI-VII (621 ± 91 AC por OSL). Sin embargo, en la muestra más interna (HEB-4C, ya que no había suficiente cuarzo disponible para fechar la muestra de HEB-5C) la edad obtenida corresponde a los siglos VIII-IX. Esta edad es más consistente con la edad arqueológica esperada. Por lo tanto, podríamos esperar que el muestreo de una estructura similar durante el proceso de excavación (o prospección), permitiría obtener un resultado más exacto.



6 Conclusiones

El daño causado por el fuego en estructuras de roca arqueológicas proporciona información muy valiosa sobre la historia de yacimientos arqueológicos y daños en los materiales de construcción. Evaluar la antigüedad y la temperatura alcanzada por fuegos o incendios es crucial para conocer las causas y el tipo de fuego que afectó a los materiales de construcción y el daño subsiguiente. En este estudio hemos utilizado la luminiscencia para evaluar datos petrológicos y arqueológicos con un resultado satisfactorio. Hemos estudiado la superficie de un horno antiguo, una superficie un bloque afectado por fuego y una pared de un muro con evidencias de haber sido afectada por fuego, presumiblemente causado por una deflagración. Las características observadas en las superficies dañadas revelan que las temperaturas del fuego alcanzaron al menos 300°C en la superficie con diferentes tiempos de exposición. El uso de la erosión de la curva de TL polimineral y del protocolo TAC en cuarzo, extraídos ambos de las muestras estudiadas, proporcionó la temperatura máxima alcanzada por tales fuegos considerando información cualitativa arqueológica sobre el tiempo que duración de los fuegos. La datación por TL y OSL también ha sido satisfactoria a pesar de los aparentes desajustes entre las edades arqueológicas esperadas. La sobreestimación de algunas edades se explica fácilmente en algunas muestras por cuestiones relativas a las condiciones del fuego o cambios en la radiación gamma para alguna de las muestras. A pesar de estos resultados, se necesitan más estudios de casos similares (considerando otros tipos de roca y de fuegos) para evaluar los mejores procedimientos a seguir en luminiscencia para este tipo de análisis.

Bibliografía

- [Ait85] Aitken M. J. (1985) *Thermoluminescence dating*, Academic Press, London.
- [Bøt00] Bøtter-Jensen L., Agersnap Larsen N., Mejdahl V., Poolton N.R.J., Morris M.F., McKeever S.W.S., Luminescence sensitivity changes in quartz as a result of annealing, *Radiation Measurements*, Vol. 24, 1995, pp. 535-541.
- [Bro12] Brodard A., Guibert P., Lévêque F., Mathé V., Carozza L., Burens A. (2012) Thermal characterization of ancient hearths from the cave of Les Fraux (Dordogne, France) by thermoluminescence and magnetic susceptibility measurements, *Quaternary Geochronology*, Vol. 10, 2012, pp. 353-358.
- [Bro15] Brodard A., Lacanette-Puyo D., Guibert P., Lévêque F., Burens A., Carozza L. (2015) A new process of reconstructing archaeological fires from their impact on sediment: a coupled experimental and numerical approach based on the case study of hearths from the cave of Les Fraux (Dordogne, France), *Journal of Anthropological Archaeological Science*, Vol. 8, Nr. 4, 2015, pp. 673-689.
- [Cha00] Charitidis C, Kitis G, Furetta C, Charalambous S. (2000) Superlinearity of synthetic quartz: Dependence on the firing temperature, *Nuclear Instruments and Methods B*, Vol. 168, 2000, pp. 404-410.
- [Che87] Chew M.Y.L., Millan P.T., Kelly J.C. (1987) The Temperature History of Heated Concrete Measured by Thermoluminescence, *Non-Destructive Testing*, Vol. 24, 1987, pp. 116-120.
- [Cho09] Cho W.J., Kwon S., Choi J.W. (2009) The thermal conductivity for granite with various water contents, *Engineering Geology*, Vol. 107, 2009, pp. 167-171.
- [Dre11] Drebuschak V.A., Mynikova L.N. Drebuschak T.N. (2011) The mass-loss diagram for the ancient ceramics, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Vol. 104, 2011, pp. 459-466.
- [Dun10] Dunai T.J. (2010) *Cosmogenic nuclides. Principles, concepts and applications in the Earth Surface Sciences*, Cambridge University Press, UK.
- [Dun99] Dunne J., Elmore D., Muzikar P. (1999) Scaling factors for the rates of production of cosmogenic nuclides shielding and attenuation at depth on sloped surfaces, *Geomorphology* 27, pp. 3-11.
- [Dut05] Duttine M., Guibert P., Perraut A., Lahaye C., Bechtel F. (2005) Villeneuve G., Effects of thermal treatments on TL and EPR of flints and their importance in TL-dating: application to french Mousterian sites of Les Forêts (Dordogne) and Jiboui (Drôme), *Radiation Measurements*, Vol. 39, 2005, pp. 375-385.
- [Fra95] Franklin A.D., Prescott J.R., Scholefield R.B. (1995) The mechanism of thermoluminescence in an Australian sedimentary quartz, *Journal of Luminiscence*, Vol. 63, 1995, pp. 317-326.
- [Gok89] Goksu H.Y., Wieser A., Regulla D.F. (1989) 110°C TL peak records the ancient heat treatment of flint, *Ancient TL*, Vol. 7, 1989, pp. 15-17.
- [Gom09] Gomez-Heras M., McCabe S., Smith B.J., Fort R. (2009) Impacts of Fire on Stone-Built Heritage: an Overview, *Journal of Architectural Conservation*, Vol. 15, 2009, pp. 47-58.
- [Gom06a] Gomez-Heras M, Figueiredo C, Varas M.J., Mauricio A., Alvarez de Buergo M., Aires-Barros L., Fort R. (2006) Digital image analysis contribution to the evaluation of the mechanical decay of granitic stones affected by fires. En: S.K. Kourkoulis (Ed.), *Fracture and failure of natural building stones*, Springer, Dordrecht, pp. 427-437.
- [Gom06b] Gomez-Heras M, Alvarez de Buergo M., Fort R., Hajpal M., Torok A., Varas M.J. (2006) Evolution of porosity in Hungarian building stones after simulated burning. En: Fort R., Alvarez de Buergo M., Gomez-Heras M., Vazquez-Calvo C. (Eds.), *Heritage, Weathering and Conservation*, Taylor and Francis, London, pp. 513-519.



- [Gua10] Gualtieri M.L., Gualtieri A.F., Gagliardi S., Ruffini P., Ferrari R., Hanuskova M. (2011) Thermal conductivity of fired clays: effects of mineralogical and physical properties of the raw materials, *Applied Clay Science*, Vol. 49, 2010, pp. 269–275
- [Gue11] Guerin G., Mercier N., Adamiec G. (2011) Dose-rate conversion factors: update, *Ancient TL*, Vol. 29, 2011, pp. 5–8.
- [Hai04] Hajpal M., Török A. (2004) Mineralogical and colour changes of quartz sandstones by heat, *Environmental Geology*, 2004, pp. 311-322.
- [Hed15] Heldal T., Storemyr P. (2015) Ancient Egyptian quarries— an illustrated overview, en: Lollino G., Manconi A., Clague J., Shan W., Chiarle M. (Eds.) *Engineering Geology for Society and Territory*, Vol. 5, pp. 291-295.
- [IAF15] IAFCF (2015) International Association of Fire Chiefs Fire investigator: principles and practice of NFPA 921 & 1033. Jones and Bartlett Learning, Burlington.
- [Izq05] Izquierdo Benito R. (2005) Una ciudad de la Marca Media: Vascos (Toledo), *Arqueología y Territorio Medieval*, Vol. 12, 2005, pp. 35- 55
- [Izq83] Izquierdo Benito R. (1983) Ciudad hispanomusulmana de Vascos (Navalmoralejo, Toledo). Campañas 1979-1980, *Noticiero Arqueológico Hispánico*, Vol. 16, 1983, pp. 289-380.
- [Jim49] Jiménez de Gregorio J. (1949) La ciudad de Vascos (Aportación al estudio arqueológico de la Jara), *Archivo Español de Arqueología*, Vol. 22, 1949, pp. 175- 194.
- [Kom14] Kompaníková Z., Gomez-Heras M., Michňová J., Durmeková T., Vlčko J. (2014) Sandstone alterations triggered by fire-related temperatures, *Environmental Earth Science*, Vol. 72, 2014, pp. 2569–2581.
- [Kon15] Kondopoulou D., Aidona E., Ioannidis N., Polymeris G.S., Tsolakis S. (2015) Archaeomagnetic study and thermoluminescence dating of Protobyzantine kilos (Megali Kypsa, North Greece), *Journal of Archaeological Science: Reports*, Vol. 2, 2015, pp. 156-168.
- [Kou06] Koul D.K (2006) Role of alkali ions in limiting the capacity of the 110°C peak of quartz to remember the firing temperature, *Applied Radiation Isotopes*, Vol. 64, 2006, pp. 110-115.
- [Kou96] Koul D.K., Nambi K.S.V., Singhvi A.K., Bhat C.L., Gupta P.K. (1996) Feasibility of Estimating Firing Temperature Using the 110°C TL Peak of Quartz, *Applied Radiation Isotopes*, Vol. 47, 1996, pp. 191-194.
- [Lir13] Liritzis I., Singhvi A.K., Feathers J. K., Wagner G.A., Kadereit A., Zacharias N., Li S.H. (2013) *Luminescence Dating in Archaeology, Anthropology, and Geoarchaeology. An Overview*, Springer, Heidelberg, Germany.
- [Mag89] MAGNA, Instituto Tecnológico y Geominero de España (ITGE), (1989) Hoja 654(15-26), El Puente del Arzobispo, *Serie MAGNA 50, Mapas Geológicos Nacionales*, Escala 1:50.000.
- [McC10] McCabe S., Smith, B.J, Warke, P.A. (2010) Exploitation of inherited weakness in fire-damaged building sandstone: the ‘fatiguing’ of ‘shocked’ stone, *Engineering Geology*, Vol. 115, pp. 2010, 217 - 225.
- [Mor95] Moropoulou A., Bakolas A., Bisbikou K. (1995) Thermal-analysis as a method of characterizing ancient ceramic technologies, *Thermochimica Acta*, Vol. 260, 1995, pp. 743–53.
- [Mur00] Murray A.S., Wintle A.G. (2000) Luminescence dating of quartz using an improved single aliquot regenerative-dose protocol, *Radiation Measurements*, Vol. 32, 2000, pp. 57–73.
- [Pla80] Placido F. (1980) Thermoluminescence test for fire-damaged concrete, *Mag. Concrete Res.* 32 (1980) 112-116.
- [Pei97] Pei X., Han Y., Sun X. (1997) Determining burn degree of fire-damaged concrete constructions by thermoluminescence *Chinese Science Bulletin*, Vol. 42, 1997, pp. 1829-1833.
- [Pol07] Polymeris G. S., Sakalis A., Papadopoulou D., Dallas G., Kitis G., Tsirliganis N. C. (2007) Firing temperature of pottery using TL and OSL techniques, *Nuclear Instruments and Methods A*, Vol. 580, 2007, pp. 747-750.
- [Pol13] Polymeris G.S., Kiyak N.G., Koul D.K., Kitis G. (2013) The Firing Temperature of Pottery from Ancient Mesopotamia, Turkey, Using Luminescence Methods: A Case Study for Different Grain-Size Fractions, *Archaeometry*, Vol. 56, 2013, pp. 805-817.
- [Pre94] Prescott J.R., Hutton J.T. (1994) Cosmic ray contributions to dose rates for luminescence and ESR dating: large depths and long-term time variations, *Radiation Measurements*, Vol. 23, 1994, pp. 497-500.
- [Ric87] Rice, P.M. (1987) *Pottery analysis*, The University of Chicago Press, Chicago.
- [Roq04] Roque C., Guibert P., Duttine M., Vartanian E., Chapoulie R., Bechtel F. (2004) Dependence of luminescence characteristics of irradiated quartz with the thermal treatment and consequences for TL dating, *Geochronometria*, Vol. 23, 2004, pp. 1-8.
- [San13] Sanjurjo-Sánchez J., Gómez-Heras M. Polymeris GS. (2013) Estimating maximum temperatures attained during fires in building stoneworks by thermoluminescence: a case study from Uncastillo, Saragossa (Spain), *Mediterranean Archaeology and Archaeometry*, Vol. 13, 2013, pp. 145-153.
- [San16] Sanjurjo-Sánchez J. (2016) Dating historical buildings: an update on the possibilities of absolute dating methods, *International Journal of Architectural Heritage*, Vol. 10, 2016, pp. 620-635.
- [Spe94] Spencer J.Q., Sanderson D.C.W. (1994) Mapping Thermal Exposure by Luminescence Thermometry, *Radiation Measurements*, Vol. 23 (1994), pp. 465-468.
- [Spe96] Spencer J.Q. (1996) *The development of luminescence methods to measure thermal exposure in Lithic and Ceramic Materials*, PhD Thesis University of Glasgow.
- [Spe12] Spencer J.Q.G., Sanderson D.C.W. (2012) Decline in firing technology or poorer fuel resources? High-temperature thermoluminescence (HTTL) archaeothermometry of Neolithic ceramics from Pool, Sanday, Orkney. *Journal of Archaeological Science*, Vol. 39, 2012, pp. 3452-3552.



- [Sun82] Sunta C.M., David M. (1982) Firing temperature of pottery from pre-dose sensitization of TL, *PACT*, Vol. 6, 1982, pp. 460-467.
- [Tem15] Tema E., Polymeris G., Morales J., Goguitchaichvili A., and Tsaknaki V. (2015) Dating of ancient kilns: A combined archaeomagnetic and thermoluminescence analysis applied to a brick workshop at Kato Achaia, Greece, *Journal of Cultural Heritage*, Vol. 16, 2015, pp. 496-507.
- [Vaz15] Vazquez P., Shushakova V., Gomez-Heras M. (2015) Influence of mineralogy on granite decay induced by temperature increase: Experimental observations and stress simulation, *Engineering Geology*, Vol. 189, 2015, pp. 58-67.
- [Vie07] Vieilleveigne E., Guibert P., Bechtel F. (2007) Luminescence chronology of medieval citadel of Termez, Uzbekistan: dating of bricks masonries, *Journal Archaeological Science*, Vol. 34, 2007, pp. 1402-1416.
- [War81] Warashina T., Higashimura T., Maeda Y. (1981) Determination of the firing temperature of ancient pottery by means of ESR spectrometry, en: Hughes, M.J. (Ed.) *Scientific studies in ancient ceramics*, BAR Occasional paper, Vol. 19, British Museum, London, pp. 117-28.
- [Wat85] Watson IA, Aitken MJ. (1985) Firing temperature analysis using the 110°C peak of quartz, *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, Vol. 10, 1985, pp. 517-520.
- [Zac06] Zacharias N., Michael C. (2006) Philaniotou-Hadjianastasiou, O., Hein, A. Bassiakos, Y., Fine-grain TL dating of archaeometallurgical furnace walls. *Journal of Cultural Heritage*, Vol. 7, 2006, pp. 26-29.
- [Zim71] Zimmerman J. (1971) The radiation induced increase of the 110°C TL sensitivity of fired quartz, *Journal of Physics C Solid State*, Vol. 4, 1971, pp. 3265-3276.