

ESTUDOS ARQUEOLÓGICOS DE OEIRAS

Volume 19 • 2012

ACTAS DO IX CONGRESSO IBÉRICO DE ARQUEOMETRIA
(Lisboa, 2011)



Editores Científicos: M. Isabel Dias e João Luís Cardoso

INSTITUTO SUPERIOR TÉCNICO / INSTITUTO TECNOLÓGICO E NUCLEAR
SOCIEDAD DE ARQUEOMETRÍA APLICADA AL PATRIMONIO CULTURAL
CÂMARA MUNICIPAL DE OEIRAS

2012

ESTUDOS ARQUEOLÓGICOS DE OEIRAS

Volume 19 • 2012 ISSN: 0872-6086

EDITORES CIENTÍFICOS – M. Isabel Dias e João Luís Cardoso
DESENHO E FOTOGRAFIA – Autores ou fontes assinaladas
CORRESPONDÊNCIA – Centro de Estudos Arqueológicos do Concelho de Oeiras
Fábrica da Pólvora de Barcarena
Estrada das Fontainhas
2745-615 BARCARENA

Os artigos publicados são da exclusiva responsabilidade dos Autores.

*Aceita-se permuta
On prie l'échange
Exchange wanted
Tauschverkehr erwünscht*

ORIENTAÇÃO GRÁFICA E

REVISÃO DE PROVAS – M. Isabel Dias e João Luís Cardoso

PAGINAÇÃO – M. Fernandes

IMPRESSÃO E ACABAMENTO – Gráficas Amares, Lda. - Amares - Tel. 253 992 735

DEPÓSITO LEGAL: 97312/96

APRESENTAÇÃO

A Nona Edição do Congresso Ibérico de Arqueometria (CIA IX) decorreu em Lisboa de 26 a 28 de Outubro de 2011 nas instalações da Fundação Calouste Gulbenkian. A proposta e compromisso da organização deste evento foi feita pelo Grupo de Geoquímica Aplicada & Luminescência no Património Cultural (GeoLuC) (IST/ITN), dois anos antes na Assembleia Geral da Sociedad de Arqueometría Aplicada al Patrimonio Cultural (SAPaC), e foi aceite por unanimidade.

Com esta decisão, a SAPaC consolida uma linha de actuação, cujo objectivo é difundir e fomentar a colaboração entre os grupos de investigação arqueométrica que trabalham na Península Ibérica. Este objectivo viu-se reforçado e reflectido na composição dos novos órgãos sociais dirigentes da SAPaC, eleita durante a celebração do IX Congresso em Lisboa, que incorpora deste então investigadores portugueses e espanhóis, sendo presidida pela Doutora M. Isabel Dias (IST/ITN, Portugal).

As Actas que aqui se apresentam são uma prova tangível da via integradora desta IX edição do Congresso, verificando-se existir equilíbrio numérico entre os trabalhos apresentados por grupos de investigação portugueses e espanhóis, evidenciando-se mesmo um incremento de projectos em que participam conjuntamente investigadores dos dois países, mostrando o grande interesse que desperta a Arqueometria, em si mesma de natureza interdisciplinar, e os objectivos comuns partilhados pela comunidade científica ibérica.

Definitivamente, este Congresso constituiu um ponto de encontro dos investigadores da disciplina, tendo contribuído para a troca de experiências e o aprofundar de conhecimentos nas diversas metodologias e técnicas aplicadas à caracterização do nosso património histórico e cultural.

A publicação dos trabalhos do CIA IX nos *Estudos Arqueológicos de Oeiras* (EAO), órgão científico do Centro de Estudos Arqueológicos do Concelho de Oeiras/Câmara Municipal de Oeiras, constituiu uma oportunidade única e vantajosa para ambas as partes, já que esta inédita parceria entre uma entidade vocacionada para a investigação e uma Câmara Municipal permitiu uma sinergia de interesses quanto aos custos da publicação deste número e a sua adequada distribuição nacional e internacional. A escolha de uma revista periódica constituiu sem dúvida, a melhor opção, para a garantia de uma divulgação adequada. E a revista sobre a qual recaiu a escolha, prontamente homologada pelo Senhor Presidente da Câmara Municipal de Oeiras, Dr. Isaltino Morais, responde sem dúvida àquele requisito: além de constituir uma referência no panorama editorial nacional em matéria de publicações arqueológicas, com 18 números publicados desde 1991, mantém permuta com cerca de 200 revistas periódicas especializadas, todas de

Arqueologia e Património Arqueológico, especialmente de Espanha, França, Itália, Alemanha, Polónia, Reino Unido, Mónaco e Marrocos, para além de Portugal, incluindo as publicações mais importantes produzidas naqueles países.

Esperamos, deste modo, com a publicação deste volume, ir ao encontro dos interesses de todos os participantes do CIA IX, de todos os que contribuíram com os seus trabalhos para a excelente qualidade deste volume, dos interesses dos associados da SAPaC, dos munícipes de Oeiras, e da comunidade científica nacional e internacional no domínio da arqueometria e da arqueologia.

Pela Comissão organizadora do CIA IX, Presidência da SAPaC
e comissão editorial deste volume dos Estudos Arqueológicos de Oeiras,

M. ISABEL DIAS

(Instituto Superior Técnico/Instituto Tecnológico e Nuclear, Universidade Técnica de Lisboa, Portugal)

CLODOALDO ROLDÁN

(Instituto de Ciencia de Materiales, Universidade de Valência, Espanha)

JOÃO LUÍS CARDOSO

(Universidade Aberta e Centro de Estudos Arqueológicos do Concelho de Oeiras/Câmara Municipal de Oeiras, Portugal)

Oeiras, 31 de Outubro de 2012

ESTABLECIMIENTO DE LAS TEMPERATURAS MÁXIMAS ALCANZADAS EN EL INCENDIO DE EDIFICIOS HISTÓRICOS POR TERMOLUMINISCENCIA

J. Sanjurjo-Sánchez¹ & M. Gómez-Heras^{2,3}

Resumen

El fuego con frecuencia forma parte de la historia del deterioro de materiales pétreos en edificios. Es uno de los agentes de meteorización más catastróficos para los materiales pétreos, pero además puede ser el resultado de eventos históricos relevantes, como guerras. Conocer la máxima temperatura alcanzada por materiales pétreos durante un incendio es importante para comprender el daño posterior. En este trabajo se ha realizado un estudio en laboratorio para evaluar la máxima temperatura alcanzada en la superficie de materiales pétreos, debido a incendios en el pasado. Se ha medido la sensibilidad del cuarzo a diferentes temperaturas por medio de termoluminiscencia (TL). La curva de TL del cuarzo muestra tres picos principales a 110, 200-210 y 250-400 °C, cuya sensibilidad puede incrementarse si durante un fuego se alcanzan determinadas temperaturas. Midiendo los cambios de sensibilidad de esos picos, pueden calcularse las máximas temperaturas alcanzadas. Para los testes se ha seleccionado la arenisca de “Un castillo” (Zaragoza, España), usada de forma continuada desde tiempos Romanos en el área de Zaragoza. Se han tomado probetas cúbicas de 5 cm de lado y se han calentado a temperaturas desde 200 °C hasta 700 °C.

Palabras clave: Arenisca, fuego, deterioro, termoluminiscencia

Resumo

O fogo frequentemente faz parte da história da deterioração dos materiais pétreos em edifícios. É um dos agentes mais catastróficos para os materiais pétreos, mas também pode ser o resultado de eventos históricos significativos como as guerras. Conhecer a temperatura máxima atingida pelos materiais durante um incêndio é importante para compreender o dano subsequente. Neste documento é apresentado um estudo de laboratório para avaliar a temperatura máxima atingida na superfície de materiais pétreos, devido ao fogo no passado. A sensibilidade do quartzo nesses materiais foi medida a diferentes temperaturas por termoluminescência (TL). A curva de TL do quartzo amostra três picos principais a 110, 200-210 e 250-400 °C, e a sua sensibilidade pode ser aumentada durante um incêndio até atingir uma certa temperatura. A medição das mudanças na sensibilidade destes picos pode permitir a estimação da temperatura máxima atingida. Para os testes foi selecionado o arenito de “Un castillo” (Zaragoza, Espanha), usado desde os tempos romanos na área de Saragoça. Espécimes cúbicos de 5 cm de lado foram aquecidas a temperaturas de 200 °C a 700 °C.

Palavras-chave: Arenisca, fogo, deterioro, termoluminescência

¹Instituto Universitario de Geología “Isidro Parga Pondal”, Universidad de A Coruña, Campus de Elviña, 15071 A Coruña (España).
jsanjurjo@udc.es

²Departamento de Petrología y Geoquímica - Universidad Complutense de Madrid, C/ Jose Antonio Novais 2, 28040 Madrid (España).
mgh@geo.ucm.es

³Instituto de Geología Económica (CSIC-UCM), C/ Jose Antonio Novais 2, 28040 Madrid (España). mgh@geo.ucm.es

1 - INTRODUCCIÓN

El fuego con frecuencia forma parte de la historia del deterioro de materiales pétreos en edificios del patrimonio histórico. El fuego no es un simple agente de meteorización catastrófica, sino que puede ser el resultado de eventos históricos relevantes, como guerras. Los efectos del fuego son responsables de toda una serie de procesos de aceleración del deterioro de diferentes tipos de roca, ya que altera algunos de los minerales y propiedades de las mismas (GÓMEZ-HERAS *et al.*, 2006). La datación de incendios y el conocimiento de la máxima temperatura alcanzada por materiales pétreos durante los mismos es importante para comprender el nivel de daño causado en el pasado, y que afecta a los materiales desde el momento en que se produjo. Conociendo la temperatura alcanzada por un fuego histórico podemos conocer datos importantes: (1) información arqueológica y paleoforense, o (2) comprender su impacto en los procesos de deterioro históricos subsiguientes. En este trabajo se presentan los resultados preliminares de un experimento de validación de la termoluminiscencia (TL) para determinar la temperatura máxima alcanzada en incendios.

2 - TERMOLUMINISCENCIA

La termoluminiscencia (TL) es una de las técnicas de datación más extendidas en arqueología y patrimonio (AITKEN, 1985). La curva de emisión de TL del cuarzo en la banda azul (470 ± 30 nm) muestra tres picos principales: uno a 110°C , otro a $200\text{-}210^\circ\text{C}$ y otro a $250\text{-}400^\circ\text{C}$. La intensidad de estos picos pueden medirse tras irradiar una muestra de cuarzo con radiaciones ionizantes (frecuentemente radiación beta). Esta intensidad puede incrementarse si el cuarzo es sometido previamente a un calentamiento que alcanza ciertas temperaturas. En los años 70-80 se realizaron diferentes estudios acerca del efecto de la temperatura en estos picos (ZIMMERMAN, 1971; FLEMING, 1973; SUNTA & DAVID, 1982; WATSON & AITKEN, 1985). Algunos tests recientes, en cuarzo sintético y extraído de cerámicas arqueológicas, han mostrado resultados que indican la posibilidad de calcular la máxima temperatura alcanzada por el cuarzo durante un proceso de calentamiento relativamente rápido (BAILIFF & PETROV, 1999; CHARITIDIS *et al.*, 2000; POLYMERIS *et al.*, 2007).

3 - MÉTODOS

En este trabajo se han realizado una serie de testes para observar la sensibilidad de la TL a los incrementos de temperatura a los que se somete una roca. Los testes fueron realizados con muestras de una roca de cantera conocida como arenisca de “Un castillo”. Esta consiste en una arenisca calcárea muy utilizada en diversos edificios históricos de la Comunidad Autónoma de Aragón (España).

Se prepararon probetas cúbicas de arenisca de 5 cm de lado y se calentaron temperaturas de entre 200 y 700°C durante 8 horas (calentamiento de $6^\circ\text{C}/\text{min}$ con enfriamiento a temperatura ambiente). Posteriormente, las probetas se machacaron levemente para desagregar los minerales y se tamizaron seleccionando la fracción de $90\text{-}180\ \mu\text{m}$. Los granos tamizados fueron tratados con HCl para eliminar los carbonatos y HF para eliminar feldespatos, intercalados tamizado y paso por mortero (FERNÁNDEZ MOSQUERA & SANJURJO SÁNCHEZ, 2008), hasta obtener una submuestra de cuarzo muy puro. La pureza se comprobó siguiendo el criterio propuesto por Mauz y Lang (2004). Para los granos de cada probeta se prepararon varias alícuotas que se irradiaron con dosis beta de entre 6 y $192\ \text{Gy}$. Después se midió la TL de todas ellas. Las medidas de TL fueron realizadas en un lector automatizado Riso DA-15 dotado de una fuente beta $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ calibrada de $0.13 \pm 0.003\ \text{Gy/s}$, y un fotomultiplicador EMI 9635 QA. Las medidas fueron realizadas hasta 500°C . utilizando un filtro Hoya U-340 de 7 mm.

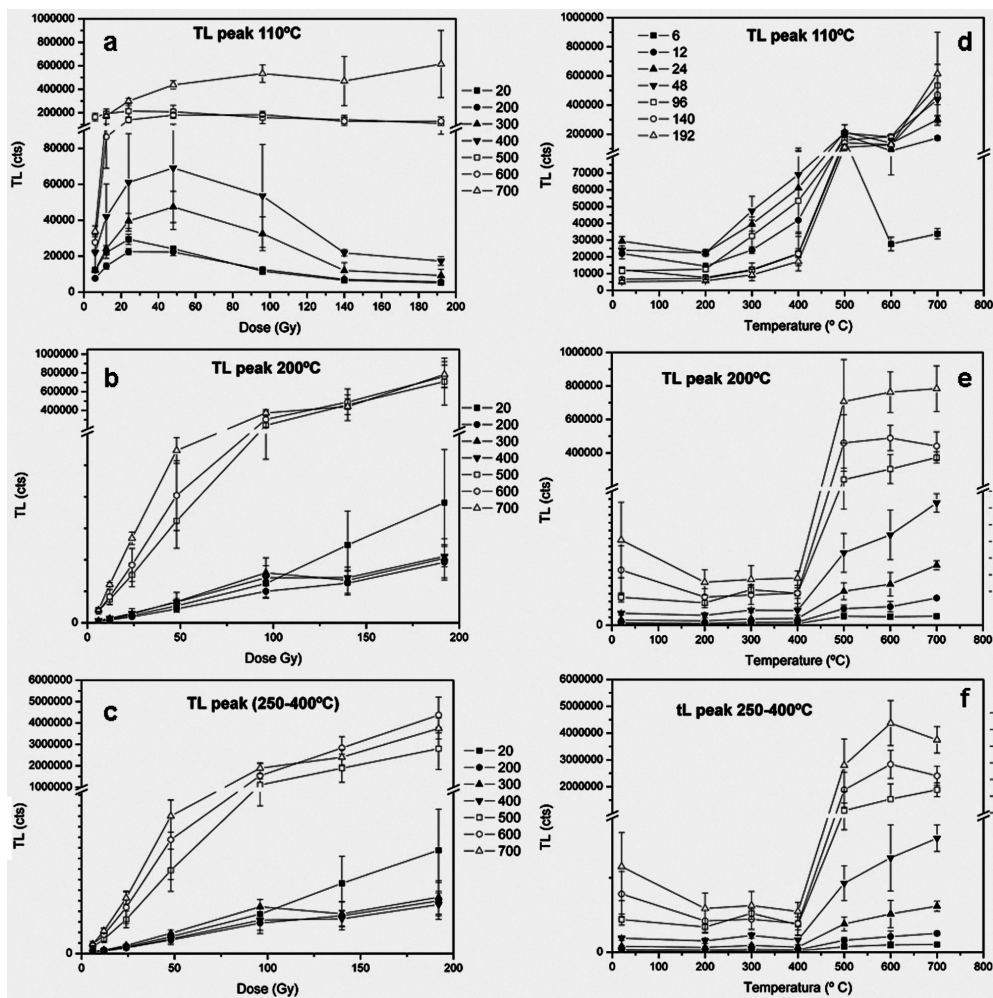


Fig. 1 – Curvas de crecimiento irradiación-TL integrando cada uno de los picos del cuarzo para las probetas calentadas a diferentes temperaturas: (a) pico 110 °C, (b) pico 200-210 °C, (c) pico 250-400 °C. Curvas de TL medida en cada pico del cuarzo para las probetas calentadas a diferentes temperaturas: (d) pico 110 °C, (e) pico 200-210 °C, (f) pico 250-400 °C.

4 – RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La señal obtenida para cada pico de la TL se ha integrado y se han construido curvas representando temperatura de calentamiento de las probetas frente a la TL (Fig. 1a, b y c), según la propuesta de Charitidis *et al.* (2000). Las curvas permiten observar una activación de la TL en muestras calentadas a partir de 400 °C en todos los picos, salvo para el pico 110 °C en la que se observa la activación a partir de 300 °C. También se ha representado TL integrada frente a dosis administrada para cada probeta (Fig. 1d, e, f). A partir de una dosis de 24 Gy los picos de 200-210 °C y 250-400 °C muestran un incremento de la sensibilidad con la temperatura de calentamiento, mientras el pico 110 °C muestra máxima activación a dosis menores, sobre todo en las muestras calentadas por debajo 500 °C. Los resultados muestran que la TL es una técnica con potencial para estimar la temperatura máxima alcanzada durante fuegos históricos en edificios. Las irradiación con dosis entre 24 y 96 Gy parece ser las más adecuadas para la medida de la TL con el objetivo de calcular la temperatura máxima alcanzada a través de la construcción de curvas patrón. El comportamiento del pico 110 °C del cuarzo permite

medir temperaturas de calentamiento construyendo una curva entre 200-400 °C. El comportamiento de los picos 200-210 y 250-400 °C permiten construir curvas para el intervalo 400-700 °C a las mismas dosis. La interpolación de la TL medida a esos picos después de irradiar las muestras de cuarzo con las dosis sugeridas podrían proporcionar la temperatura de calentamiento de areniscas expuestas a fuegos históricos cuya temperatura máxima alcanzada es desconocida.

5 – CONCLUSIONES

El experimento realizado con TL indica que esta es una técnica con un gran potencial para estimar la temperatura máxima alcanzada durante fuegos históricos en la superficie de materiales pétreos de edificios históricos, al menos en materiales que contienen cantidades significativas de cuarzo. Es necesario extraer cuarzo de los materiales, y utilizar dosis de irradiación adecuadas. La sensibilidad del pico 110 °C parece permitir la reconstrucción de las temperaturas de calentamiento a bajas temperaturas (entre 200 y 400 °C) administrando dosis bajas. Los otros picos pueden permitir reconstruir las temperaturas para temperaturas mayores de 400 °C. Sin embargo, es necesario profundizar en este estudio, para obtener resultados relativamente precisos.

REFERENCIAS

- AITKEN, M. J. (1985) – *Thermoluminescence dating*. London: Academic Press, 267 p.
- BAILIFF, I. K. & PETROV, S. A. (1999) – The use of the 210 °C TL peak in quartz for retrospective dosimetry. *Radiation Protection Dosimetry* 84, p. 551-554.
- CHARITIDIS, C.; KITIS, G.; FURETTA, C. & CHARALAMBOUS, S. (2000) – Superlinearity of synthetic quartz: Dependence on the firing temperature. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*. 168, p. 404-410.
- CHEN, R.; YANG, X. H. & MCKEEVER, S. W. S. (1988) – The strongly supralinear dose dependence of thermoluminescence in synthetic quartz. *Journal of Physics D: Applied Physics* 21, p. 1452-1457.
- FERNÁNDEZ-MOSQUERA, D. & SANJURJO-SÁNCHEZ, J. (2008) – A simple method to separate quartz and feldspar and its application to TL/OSL methods. *Geochronometria* 30, p. 41-47.
- FLEMING, S. J. (1973) – The pre-dose technique: a new thermoluminescent dating method. *Archaeometry* 15, p. 13-30.
- GÓMEZ-HERAS, M.; ÁLVAREZ DE BUERGO, M.; VARAS, M. J.; FORT, R.; MORCILLO, M. & MOLPECERES, C. (2006) – Fire damage of heritage building stones: methodological considerations on current research. In: MILEVA, G. & HRISTOVA, M. (Eds.), *Built Heritage: Fire Loss to Historic Buildings*. Varna: SKALA, p. 132-141.
- MAUZ, B. & LANG, A. (2004) – Removal of the feldspar-derived luminescence component from polymineral fine silt samples for optical dating applications: evaluation of chemical treatment protocols and quality control procedures. *Ancient TL* 22 (1), p. 1-8.
- 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 in Physics Research A*. 580, p. 747-750.
- SUNTA C. M. & DAVID, M. (1982) – Firing temperature of pottery from pre-dose sensitization of TL. *PACT* 6, p. 460-467.
- WATSON, I. A. & AITKEN, M. J. (1985) – Firing temperature analysis using the 110 °C peak of quartz. *Nuclear tracks* 10, p. 517-520.
- ZIMMERMAN J. (1971) – The radiation induced increase of the 110 °C TL sensitivity of fired quartz. *Journal of Physics C: Solid state physics* 4, p. 3265-3276.