

## SERVICIO DE DATACION ABSOLUTA POR TERMOLUMINISCENCIA Y ANALITICA DE CERAMICAS ARQUEOLOGICAS EN LA UNIVERSIDAD AUTONOMA DE MADRID

CALDERÓN, T.; ARRIBAS, J. G.; MILLÁN, A.; BLASCO, C.

### INTRODUCCION

El laboratorio de datación absoluta por Termoluminiscencia (TL) surge en la Universidad Autónoma de Madrid en julio de 1988 como consecuencia de la unión de esfuerzos y objetivos de dos Departamentos, Prehistoria y Arqueología (Facultad de Letras) y Química Agrícola —Geología y Geoquímica (Facultad de Ciencias)—, conscientes del gran vacío con que en temas de datación absoluta han venido trabajando los investigadores de nuestra comunidad científica. La plasmación en realidad de este objetivo, es decir, el montaje y puesta a punto de un laboratorio de datación absoluta por TL en nuestra Universidad fue posible gracias a la concesión por parte de la D.G.I.C.Y.T. del proyecto coordinado n.º PB-87-0091, C02-00 el cual de forma muy resumida pretendía tres objetivos básicos:

1. Diseño del equipo experimental.
2. Construcción y puesta a punto de una cadena de TL.
3. Datación absoluta de materiales cerámicos de yacimientos arqueológicos seleccionados de la Comunidad de Madrid.

En la actualidad, después de la visita a varios laboratorios europeos donde se viene trabajando de forma continuada con esta técnica, con objeto de contrastar los diversos equipos que en ellas se utilizan, nos encontramos en la segunda fase del proyecto, esperando que la misma quede concluida a finales del presente curso académico (1989-1990).

En otro orden de cosas es quizás necesario resaltar que nuestro grupo de trabajo ha venido investigando y colaborando en temas análogos (TL en minerales) y específicos (datación absoluta por TL) desde hace varios años con otros laboratorios europeos, Sussex (Inglaterra) y Milano (Italia), respectivamente.

El contacto continuo de la D.G.I.C.YT. por parte de las personas responsables del mismo, nos enseñó que los objetivos planteados en primera instancia podrían ser ampliados a otras áreas de trabajo, sin modificación de la infraestructura existente. Así, y dado el interés en la de trabajo de la Facultad de Ciencias, se pensó en la caracterización mineralógica previa de todos los materiales objeto de análisis por TL. De esta forma se conseguían dos objetivos añadidos:

- i) Mejor conocimiento acerca del mecanismo responsable de la TL. y los minerales que la originan.
- ii) Establecimiento de criterios absolutos en la caracterización de materiales arqueológicos que conduzcan a un mejor conocimiento de los mismos.

Desde el punto de vista organizativo el laboratorio de Datación Absoluta por TL. de la U.A.M., está constituido por dos grupos de trabajo con las siguientes personas:

Equipo 1: M.<sup>a</sup> Concepción Blasco  
Juan José Blánquez  
Joaquín Barrio  
Isabel L. Rubio  
Juana Calle  
M.<sup>a</sup> Luz Sánchez Capilla

Equipo 2: Tomás Calderón  
José G. Arribas  
Pedro Beneitez  
M.<sup>a</sup> Asunción Millán

Como responsable científico del laboratorio designado por la U.A.M. figura el Prof. Tomás Calderón.

## OBJETIVOS

El objetivo fundamental de este laboratorio se centra en el fechado absoluto de restos arqueológicos inorgánicos (cerámicas, piedras de hogar, terracotas, vidrios, etc...) por TL. Paralelamente y dada la infraestructura existente en el Departamento de Química Agrícola, Geología y Geoquímica de nuestra Universidad, es posible efectuar la caracterización mineralógica (a nivel cualitativo y cuantitativo) de las fases existentes en los objetivos arqueológicos.

## SERVICIOS QUE PRESTA

Las técnicas de apoyo que se utilizan para la consecución de los objetivos anteriormente mencionados son:

1. Microscopia Petrográfica (M. P.).
2. Difracción de Rayos X (DRX).

3. Microscopia Electrónica de Barrido (EDAX) con analizador de energía dispersiva de rayos-X (KEVEX).
4. Termoluminiscencia de alta temperatura.
5. Contador de partículas alfa y beta.

Las técnicas 1, 2 y 3 son utilizadas normalmente para la identificación cualitativa y cuantitativa de las fases mineralógicas constituyentes de un resto arqueológico, siendo la Microscopia Electrónica de Barrido de especial importancia a la hora de determinar la composición de aquellos objetos que por su tamaño, importancia o rareza, no sea posible su tratamiento por otras técnicas destructivas, siendo especialmente recomendable para el análisis composicional de engobes cerámicos, pinturas, vidrios, materiales metálicos, etc...

La M. P. y DRX, se utilizarán como técnicas de rutina para la identificación de los minerales presentes en un objeto arqueológico.

La TL. y los contadores de partículas alfa y beta, son técnicas complementarias que nuestro laboratorio utiliza para el fechado de restos arqueológicos. A diferencia de C-14, la TL. utiliza para la datación objetos con significado arqueológico directo (cerámicas, vidrios, etc...) con la única premisa de que los mismos hayan estado sometidos en el transcurso de su fabricación, a temperaturas superiores a 400° C, ya que ésta es la mínima indispensable para obligar al material objeto de datación, a emitir toda aquella información (recogida en forma de electrones atrapados) de carácter geológico, empezando desde ese momento un nuevo proceso de almacenamiento de información coincidente con el tiempo arqueológico. El sometimiento por parte de nuestros predecesores a un proceso de alta temperatura (cocido de una cerámica) constituye lo que se conoce con el nombre de puesta a cero del reloj arqueológico. Nosotros dataríamos la edad de una muestra desde el momento de este proceso (puesta reloj a cero) hasta su lectura en nuestro laboratorio. El rango de edad que abarca esta técnica es del millón de años y su precisión cercana al 5 %.

## DESCRIPCION DEL LABORATORIO DE TL.

### 1. Equipo Experimental

El cálculo de la edad absoluta de una muestra arqueológica está basada en la conocida expresión (AITKEN, 1974):

$$\text{Edad} = \frac{\text{Dosis Arqueológica Total}}{\text{Dosis Anual}} \quad (1)$$

representando la Dosis Arqueológica Total, el daño recibido, en forma de electrones atrapados en trampas estables, por la muestra considerada por parte de las radiaciones ionizantes alfa, beta y gamma externas (debidas al terreno circundante) e internas (por impurezas radiactivas contenidas en la misma) en el transcurso de tiempo transcurrido desde su fabricación hasta su lectura en nuestro laboratorio. Por su parte la Dosis Anual, representa la radia-

ción media de los tres tipos de radiación consideradas que recibe la muestra durante un año. La expresión (1) viene normalmente considerada como:

$$\text{Edad} = \frac{\text{D.E.} + \text{I}}{\text{K} \cdot \text{D}\alpha + \text{D}\beta + \text{D}\gamma + \text{R.C.}} \quad (2)$$

donde:

Dosis Arqueológica Total = Dosis Equivalente (D.E.) + Corrección Supralineal (I)

Dosis Anual = K (factor de corrección). Contribución anual de la radiación alfa ( $\text{D}\alpha$ ) + Contribución anual de la radiación beta ( $\text{D}\beta$ ) + Contribución anual de la radiación gamma ( $\text{D}\gamma$ ) + Contribución de la Radiación Cósmica (R. C.).

El cálculo de los correspondientes factores considerados en la ecuación (2) pueden consultarse en ARRIBAS y COL (1989). No obstante y de forma gráfica podemos considerar la Fig. 1 como ejemplo clásico de una cadena de TL. necesaria para el cálculo de la edad, mostrando la misma las diversas técnicas necesarias para la obtención de los datos necesarios formulados en la expresión (2).

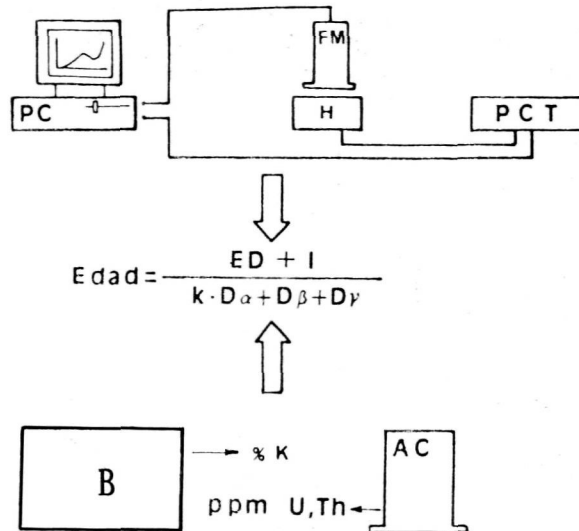


FIG. 1. — Esquema de una cadena para datación por TL; PCT: Programador-Controlador de temperatura; PC: Ordenador; H: Horno; FM: Fotomultiplicador; AC:  $\alpha$ -counting; B: Contador beta.

En efecto, como puede observarse en la Fig. 1, el cálculo de D. E. + I (Dosis beta equivalente y corrección por supralineraridad), viene realizado en un equipo de TL. de alta temperatura. Dicho equipo consta esencialmente de un horno (H) con capacidad para veinti-

cuatro muestras y provisto de sistema de vacío y atmósfera controlada de nitrógeno, donde la muestra es calentada a una velocidad de 20° C/seg. obtenida mediante un programador —controlador de temperatura (PCT). La emisión de luz obtenida en este calentamiento es recogida por un fotomultiplicador dotado con sistemas de filtros, necesarios éstos último para eliminar la emisión roja del horno debida a incandescencia. Tanto la señal luminosa como la indicación de la temperatura son recogidas por un ordenador que representa una gráfica intensidad-temperatura con los datos obtenidos, es decir una curva de TL.

La medida de la actividad alfa se realiza mediante el centelleo producido por la muestra en un disco de ZnS, que es recogido por un fotomultiplicador, el cual envía los fotones de luz a una unidad contadora (photon counting). Los impulsos de salida en forma de cuentas por minuto (c.p.m.) son proporcionales a la concentración de isótopos radiactivos de U y Th presentes en la muestra.

La presencia de otro isótopo radiactivo considerado en la ecuación (2), potasio-40, es detectada en nuestro laboratorio mediante contador beta Geiger-Muller (BENEITEZ y COL., 1989).

La fotografía 1 muestra parcialmente la distribución del equipo de TL. del laboratorio de datación arqueológica de la U.A.M.

## 2. Preparación de la muestra

En este apartado describiremos brevemente los pasos previos necesarios para la preparación de la muestra, una vez llegada a nuestro laboratorio, antes de su lectura para TL., conteo alfa y beta.

Empezaremos por decir que la cantidad de muestra requerida para un análisis por TL. es del orden de 20 mg. No obstante y dadas las características propias de las técnicas auxiliares utilizadas en el proceso de datación se requieren cantidades adicionales de muestra (aproximadamente 2 gr. para el conteo de partículas alfa y beta), así como del terreno circundante próximo a la muestra analizada (2-4 gr. de terreno).

El método que a continuación se describe brevemente corresponde al conocido como «fine grain» (grano fino) el cual fue propuesto por ZIMMERMAN (19717. Otros métodos de preparación, en función de la técnica utilizada pueden consultarse en AITKEN (1985).

Una vez descarnada 2 ó 3 mm. de la pieza arqueológica original se efectúa la correspondiente toma de muestra a analizar mediante un sistema mecánico cualquiera (p. e. taladrador trabajando a una velocidad de giro muy lenta). De esta forma viene recogida una cierta cantidad de cerámica que suele ser del orden de la milésima de gramo. Dicho polvo viene inmediatamente sumergido en acetona, siendo éste el líquido elegido para efectuar una selección de tamaño de grano según la conocida ley de Stokes. Los granos de tamaño superior a 10 $\mu$  m. se precipitan en un tiempo inferior a 2 minutos y se desprecian; por el contrario aquellos que se mantienen en suspensión (diámetro < a 10  $\mu$  m.) son trasvasados a otro recipiente donde se les deja reposar por un espacio de 20 minutos (tiempo necesario para deposición de granos con un diámetro superior a 4  $\mu$  m. Se obtiene así un material de granu-

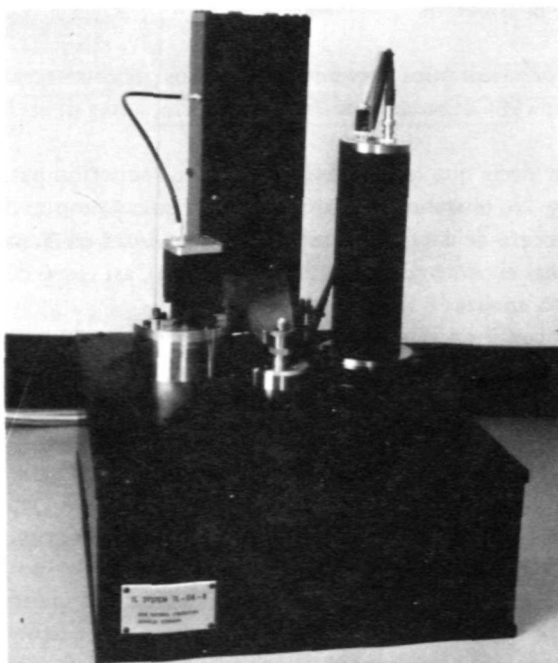


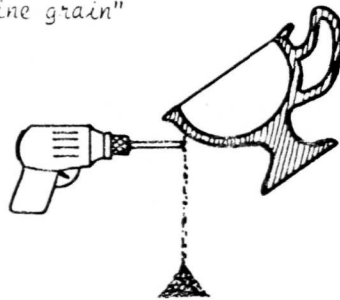
Lámina I. — Foto 1.: vista parcial de una cadena de Termoluminiscencia (TL.) para datación. Foto 2.: equipo de Termoluminiscencia de alta temperatura (Riso TL-DA.10).

lometría comprendida entre  $4$  y  $10\mu\text{ m.}$ , que suspendido en acetona viene pipeteado a discos de níquel de  $0,9$  cm. de diámetro y  $0,01$  cm. de espesor, contenidos en tubos de ensayo, los cuales son colocados en un horno a temperatura de  $40-50^\circ\text{ C}$  para la evaporación de la acetona. De esta manera el polvo se deposita en los mencionados discos obteniéndose una serie de muestras homogéneas que vendrán analizadas posteriormente por TL.

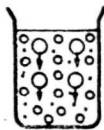
Las fases principales de la preparación de la muestra vienen ilustradas en la Figura 2(a).

La siguiente fase de preparación incluye la toma de parte de muestra para el análisis alfa y beta. El polvo recogido para esta fase no requiere tratamiento previo viniendo la muestra depositada en el correspondiente equipo según las especificaciones de los mismos. Una muestra adicional del terreno circundante debe también ser considerada para el análisis alfa y beta.

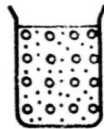
Fig. 2.A - "Fine grain"



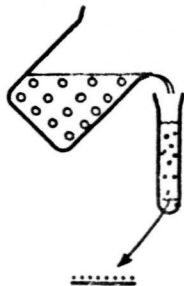
TOMA DE MUESTRA



En 2 minutos, los granos  $\varnothing > 10\mu\text{ m.}$  precipitan.



En 20 minutos los granos  $4 < \varnothing < 10\mu\text{ m.}$  precipitan, dejando en suspensión aquellos con  $\varnothing < 4\mu\text{ m.}$



Los granos de muestra con  $1 < \varnothing < 10\mu\text{ m.}$  son trasvasados en tubos de ensayo conteniendo discos de Ni, donde se deposita la muestra.

### 3. Toma de muestras arqueológicas

Una breve consideración acerca de los criterios utilizados en la toma de muestras han sido ya descritos por ARRIBAS y COL. (1989). No obstante, y siempre que esto sea posible, consideramos muy importante que la toma de muestras se realice de forma conjunta entre el equipo de arqueólogos y aquel responsable de la datación.

## ACTIVIDADES DEL LABORATORIO DE DATACION

Desde su construcción el laboratorio de datación ha participado en la elaboración de los siguientes trabajos:

### 1. Datación

Yacimiento	Período	Edad TL.
Fab. Ladrillos	Bronce	1078 + 275 A. C. 1198 + 249 A. C. 894 + 213 A. C.
Getafe (Madrid)		
Cueva Vaquera (Segovia)*	Neolítico	3032 + 336 A. C.
Necrópolis Los Villares (Albacete)**	Ibérico	

### 23. Caracterización Mineralógica

Se ha colaborado en la caracterización mineralógica de los siguientes yacimientos arqueológicos:

- Tejada la vieja (Huelva)
- Calle del Puerto (Casco antiguo de Huelva)
- San Antonio (Madrid) (\*)
- Fábrica de ladrillos (Madrid)
- Cueva de la Vaquera (Segovia) (\*)
- Los Villares (Albacete) (\*\*)
- Pinto (Madrid)

(\*) Indica en fase de publicación

(\*\*) En realización



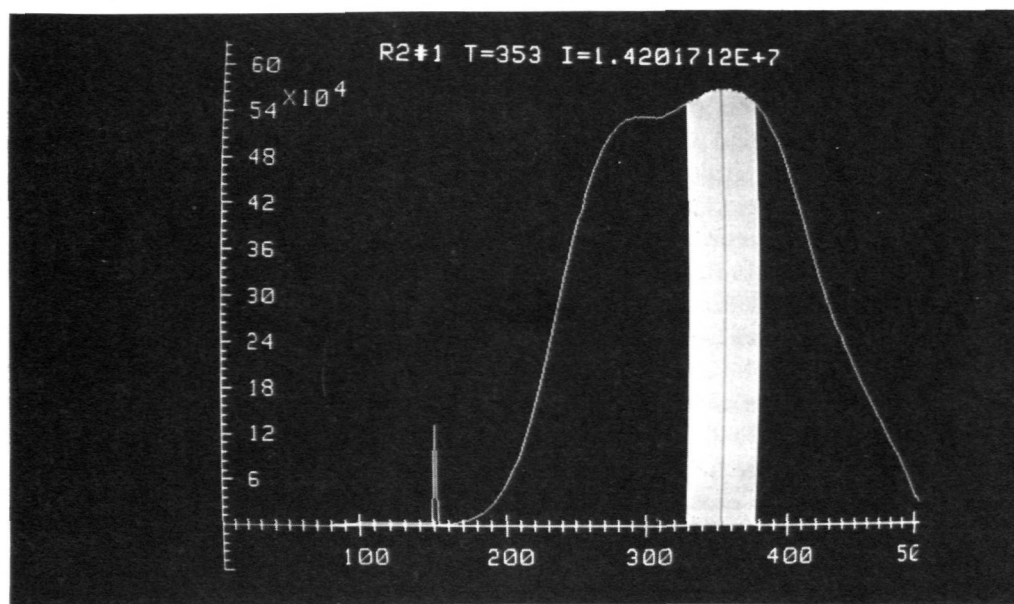
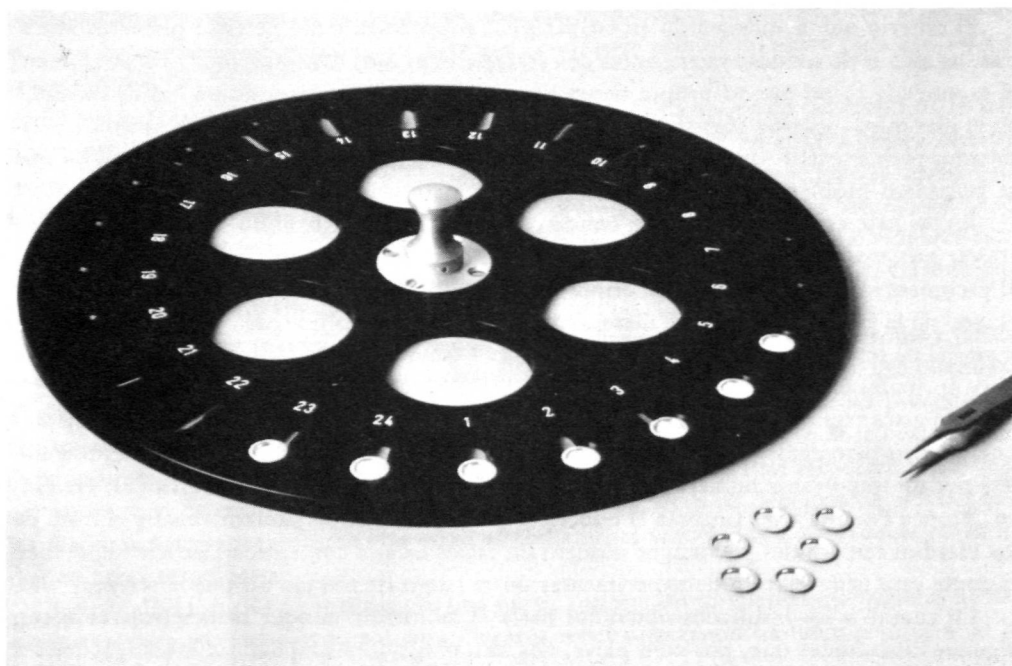


Lámina II. — Foto 3.: Detalle de portamuestras utilizado en el equipo de Termoluminiscencia. Foto 4.: curva de termoluminiscencia. Ordenadas: Intensidad de TL.; Abcisas: Temperatura en C.º

El criterio que hemos tenido en cuenta para el procesamiento de estas primeras muestras, ha sido el de sondear yacimientos de características muy distintas, tanto por su diferente cronología como por su propia naturaleza, con el fin de ir creando un banco de datos en el que pueda quedar registrada una problemática lo más amplia posible, tanto de yacimientos prehistóricos como históricos, incluidos los monumentos arquitectónicos en los que se presenten problemas de reconstrucciones con materiales cerámicos.

En los primeros trabajos hemos tenido en cuenta también, la posibilidad de poder contrastar nuestros resultados con los obtenidos con C14, circunstancia que se daba tanto en el yacimiento de La Fábrica de Ladrillos de Preresá como en La Cueva de la Vaquera. En el caso de la necrópolis de Los Villares, su selección ha estado marcada por la presencia de material de importación a través del cual resulta bastante fácil llegar a tener una cronología muy aproximada.

Con estos tres primeros ensayos hemos conseguido también acercarnos a los problemas que pueden plantearse en tres horizontes relativamente alejados en el tiempo y representados por un importante número de yacimientos de nuestra Arqueología peninsular: Neolítico, Bronce Final (Facies Cogotas I) e Ibérico, para ir cubriendo paulatinamente el resto de los estadios temporales y el mayor número de facies locales con entidad suficiente, si bien durante esta primera fase de experimentación el ritmo de trabajo no puede ser muy alto.

En cuanto a los resultados obtenidos hasta el momento, aunque hemos tropezado con algunas dificultades que, por otra parte, nos han obligado a ampliar las investigaciones a aspectos no previstos inicialmente, creemos que existen motivos suficientes para confiar en que el método aplicado puede llegar a proporcionar conclusiones plenamente satisfactorias que permitirán llenar una importante laguna de nuestra investigación arqueológica, tanto en materia de métodos científicos aplicados a la datación, como en el campo del estudio de la tecnología cerámica.

En cuanto a los resultados obtenidos hasta el momento parecen indicar que el método aplicado resulta fiable y puede llegar a llenar una importante laguna de nuestra infraestructura en materia de tecnología aplicada a la arqueología.

Las tres primeras muestras procesadas, fueron tomadas en el yacimiento de La Fábrica de Ladrillos, un hábitat del Horizonte Cogotas I ubicado en el Valle del Manzanares, 3 Kms. aguas arriba de su confluencia con el Jarama con el resultado ya apuntado.

La secuencia se centra perfectamente en la datación que actualmente se asigna a este horizonte cultural, cronología que está además avalada por un repertorio relativamente amplio de fechas de C14, entre las que se encuentra una obtenida en este mismo yacimiento que ha arrojado un de  $2840 \pm 90$  B. P. = 890, (PRIEGO, 1986) lo que la sitúa a sólo 4 años de nuestra tercera fecha. Sin embargo somos conscientes que el margen de desviación de estas muestras es excesivamente amplio, hecho que en este caso hay que atribuirlo, en parte, a la importante contaminación del terreno debido a las filtraciones de agua del Manzanares, fuertemente contaminado aguas abajo de Madrid, circunstancia que se une a la existencia de uranio en el terreno de esa zona.

La distancia temporal existente entre las tres fechas podría explicarse por la diferencia cronológica entre los distintos asentamientos del yacimiento ya que, como en otros hábitats

Cogotas I, se ha constatado la existencia de diversas ocupaciones de las que, hasta el momento, no se ha podido determinar ni su duración ni el lapso producido entre cada uno de los asentamientos.

El segundo trabajo realizado en la Cueva de la Vaquera ha aportado también una fecha perfectamente válida para el Neolítico tardío de la Meseta, en el cual encaja bien el fragmento de cerámica incisa sobre el que se realizó la medición. En todo caso la desviación existente con respecto a la fecha aportada por el propio yacimiento con el método de C14:  $3700 \pm 80$  antes de Cristo (ALONSO, 1976), puede ser chocante, pero no se olvide que esta datación fue obtenida a partir de una muestra recogida en diferentes puntos del yacimiento, por lo que debe de ser tomada con las debidas reservas.

No menos interés revisten los datos que han comenzado a aportar los distintos análisis practicados sobre muestras de diversos yacimientos con problemática y cronología distintas. A grandes rasgos, podemos decir que la tecnología de la producción cerámica prehistórica reviste, desde época bastante remota, una importante complejidad dentro de la cual se pone de manifiesto que las piezas más finas están sometidas a procesos más elaborados que buscan sobre todo determinadas calidades y efectos estéticos. Pero no debemos de olvidar que las distintas novedades introducidas están estrechamente vinculadas a los avances registrados en otras tecnologías.

Esta analítica nos va a permitir, por una parte, conocer los problemas que algunas piezas presentan para su datación y, por otra, llegar a tener una visión bastante completa de la evolución de la cerámica arqueológica.

## **PROTOCOLO DE ACCESO AL LABORATORIO DE DATACION ABSOLUTA DE LA U.A.M.**

El laboratorio de Datación por TL. de la U.A.M. está concebido para prestar servicios tanto a la comunidad científica de nuestra Universidad, como aquella del resto del territorio español. Como idea fundamental este servicio trabajaría, en principio, en régimen de concierto con entidades públicas o privadas. El protocolo provisional de acceso a este laboratorio fue establecido el 8 de junio de 1989 (Apéndice 1).

## APENDICE 1

### Propuesta de Protocolo de Acceso al Laboratorio de Datación de U.A.M.

Normas previstas para la utilización del material por parte de usuarios de la propia institución o ajenos a ella.

1. La responsabilidad científica y técnica del Laboratorio de Datación Arqueológica correrá a cargo del investigador responsable que la U.A.M. designe.

2. El investigador responsable del Laboratorio de Datación, presidirá una Comisión de Seguimiento, cuya misión fundamental es la de proponer y ejecutar las normas que conduzcan al mejor funcionamiento del Laboratorio.

3. El personal laboral, responsable de la preparación, recepción y medida de las muestras, está formado por personas capacitadas del propio organismo de la U.A.M., las cuales ineludiblemente deberán respetar la reglamentación jurídica existente en relación a Instalaciones Radiactivas.

4. El servicio de Datación Absoluta de la U.A.M., podrá ser utilizado por cualquier persona de esta Institución con capacidad investigadora, repercutiendo los gastos derivados del servicio en el correspondiente Proyecto de Investigación del investigador, o mediante cualquier otra fórmula que la Universidad proponga, dentro de la legalidad vigente.

5. Cualquier Institución Pública o Privada, podrá tener acceso al Servicio de Datación, estableciéndose una prioridad de acuerdo a los siguientes criterios:

1.º Aquellas Instituciones Públicas que, sin ánimo de lucro, establezcan conciertos con la U.A.M.

2.º Aquellos yacimientos arqueológicos que corran peligro de deterioro dentro del Patrimonio Arqueológico Nacional.

6. La recepción de las muestras será inscrita en un libro de entradas, donde se especificarán el día y hora de llegada, a fin de establecer un riguroso orden de ejecución en el trabajo, salvo las excepciones apuntadas en el apartado 5.

7. El pago de los servicios realizados a Instituciones Públicas o Privadas se hará de acuerdo a las normas previstas para el caso por la U.A.M.

8. La propiedad intelectual de los resultados obtenidos en el Laboratorio de Datación, quedará regulada, en cada caso, en los futuros conciertos que se establezcan con las correspondientes Instituciones Públicas y Privadas, siendo meritorio el establecimiento de líneas de investigación concretas que interesen a ambas instituciones.

9. En la actualidad, y dado que en breve plazo de tiempo la U.A.M. dispondrá de otros Laboratorios de Servicios Generales, se está estudiando la reglamentación y protocolo de Acceso de los mismos, con el fin de aunar criterios.

10. Este protocolo tendrá una validez provisional hasta la redacción del correspondiente definitivo a realizar por la propia Comisión de Seguimiento.

## Bibliografía

- AITKEN, M. J. (1974): *Physics and Archaeology*. Clarendon Press.
- AITKEN, M. J. (1985): *Thermoluminescence Dating*. Academic Press.
- ARRIBAS, J. G.; CALDERÓN, T.; BLASCO, C. (1989): «Datación Absoluta por Termoluminiscencia: Un ejemplo de Aplicación Arqueológica». *Trabajos de Prehistoria*, pp. 231-246.
- BENEITEZ, P.; CALDERÓN, T.; JIMÉNEZ-BALLESTA, R. (1989): «Determinación de Potasio en Suelos Mediante Contador Geiger Muller». *Anales de Edafología y Agrobiología*. 48, 403-411.
- PRIEGO, M.<sup>a</sup> C. (1976): «Actividades de la Sección Arqueológica del Museo Municipal durante 1984». En *Villa de Madrid*. 89-90, pp. 115-135, Madrid.
- ZAMORA, A. (1976): *Excavaciones de la Cueva de la Vaquera, Torreiglesias, Segovia (Edad del Bronce)*. Segovia.
- ZIMMERMAN, D. W. (1971): «Thermoluminescent dating using fine grain from pottery». *Archaeometry*. 13, 29-52.