

# Análisis mineralógico de las escorias de forja del yacimiento romano de Forua (Bizkaia)

## *Study of forge slags from the Roman site of Forua (Bizkaia)*

Haizea Portillo<sup>1</sup>, Luis Angel Ortega<sup>1</sup>, Maria Cruz Zuluaga<sup>1</sup>, Ainhoa Alonso-Olazabal<sup>1</sup> y Ana Martínez Salcedo<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Departamento Mineralogía y Petrología, Facultad de Ciencia y Tecnología. Universidad del País Vasco-UPV/EHU. Sarriena s/n 48940 Leioa (Bizkaia), España.

haizeaportillo@gmail.com, luis.ortega@ehu.es, mcruz.zuluaga@ehu.es, ainhoa.alonso@ehu.es

<sup>2</sup> Arkeon. Estudios de Patrimonio. Plaza Julio Lazurtegi, 6, 4º, 48014 Bilbao, España. arkeon@euskalnet.net

### ABSTRACT

*The archaeological site of Forua (Bizkaia) corresponds to an iron production centre of the Roman period (1st–3rd centuries AD). The distribution of the workshops joint to the type of slags indicates that correspond to a set of forging furnaces. The micro-textural and mineralogical features of the studied materials allow us to differentiate three groups, two of them correspond to forge slags, while the other group represents the ore mineral. These two types of slag indicate different stages in the production of iron from ferriferous sponge.*

**Key-words:** slag, forge, ironmaking, Roman period.

### RESUMEN

*El yacimiento arqueológico de Forua (Bizkaia) corresponde a un centro de producción de hierro en época romana (s. I–III). La distribución de los talleres junto con el tipo de restos encontrados indican que se trata de un conjunto de hornos de forja. Las características mineralógicas y microtexturales de los materiales ferruginosos estudiados permiten diferenciar tres grupos, dos de ellos corresponden a escorias de forja, mientras que el otro representa la mena de hierro. Los dos tipos de escorias indican estadios diferentes en la obtención del hierro a partir de la esponja ferrífera.*

**Palabras clave:** escoria, forja, producción de hierro, época romana.

*Geogaceta*, 60 (2016), 115-118  
ISSN (versión impresa): 0213-683X  
ISSN (Internet): 2173-6545

Recepción: 1 de febrero de 2016  
Revisión: 20 de abril de 2016  
Aceptación: 20 de Mayo de 2016

## Introducción

Las escorias son el conjunto de residuos formados durante las diferentes fases del proceso pirometalúrgico y su formación empieza con la primera etapa de reducción de los metales. En la actualidad, se diferencian dos tipos de escorias: las escorias férreas, producto de la reducción de hierro, y las escorias no férreas, producto de la obtención de zinc, plomo, níquel u otros elementos (Piatak *et al.*, 2015).

En el País Vasco la producción de hierro se remonta, al menos, a la época romana (Etxezarraga, 2004). Un emplazamiento importante actividad metalúrgica, relacionada con el hierro entre los siglos I–III d.C. es el yacimiento arqueológico romano de Forua en Bizkaia (Martínez Salcedo, 1997).

El tipo de horno utilizado en la siderurgia antigua se extiende desde la Edad de Hierro hasta época medieval. La característica principal de estos hornos consiste en la

imposibilidad de alcanzar la temperatura de fusión del hierro (aproximadamente 1560 °C), ya que el combustible utilizado era carbón vegetal. El producto principal obtenido en estos hornos era una amalgama de hierro dulce y escoria denominada esponja ferrífera, lupia o *bloom*. Este término inglés también sirve para designar a este tipo de hornos como *bloomery furnaces* (Gómez Ramos, 1996). Posteriormente, esta esponja ferrífera se trabajaba mediante forja con el objetivo de obtener un hierro cada vez más puro, al tiempo que se iba separando de los residuos o escorias (Pleiner, 2000).

A pesar de que las referencias arqueológicas sobre el método siderúrgico romano son abundantes, apenas existen datos sobre la producción de hierro en época romana en el norte peninsular. En este sentido el yacimiento de Forua aporta abundantes escorias de hierro que nos permite ahondar sobre los procesos en la producción de este metal.

El objetivo de este trabajo consiste en la caracterización mediante técnicas químico-mineralógicas de las escorias férricas procedentes del yacimiento arqueológico de Forua, a fin de identificar el proceso metalúrgico que dio lugar a estos restos.

## Materiales y métodos

Se han estudiado 9 muestras de materiales ferruginosos procedentes de los 3 sectores que componen el yacimiento de Forua (Fig. 1).

Las muestras estudiadas corresponden a restos de pequeño tamaño, generalmente inferiores a 8 x 5 x 4 cm que presentan características visuales diferentes que nos permiten identificar tres tipos. En el grupo 1 se incluyen materiales de color variado desde ocre/marrón hasta gris metálico, con la superficie lisa y carentes de vesículas (Fig. 2A). En corte fresco, se observa un material com-

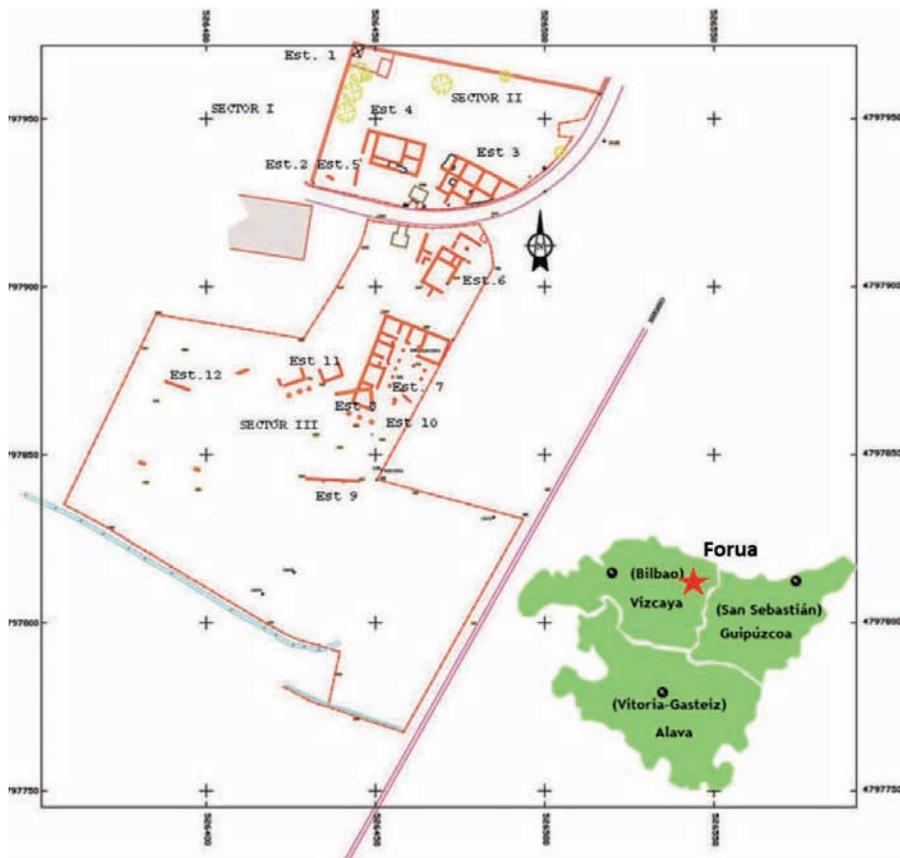


Fig. 1.- Localización del yacimiento de Forua (Martínez Salcedo, 2014). Ver figura en color en la Web.  
 Fig. 1.- Forua site location (Martínez Salcedo, 2014). See colour figure on the Web.

pacto con algunos poros de pequeño tamaño y a favor de fracturas se desarrollan procesos de oxidación que dan lugar a materiales terrosos de color ocre. Estos materiales no muestran signos de magnetismo. Las muestras del grupo 2 se caracterizan por presentar una superficie rica en vesículas esféricas con un tamaño que varía entre 1 y 3 mm (Fig. 2B). En corte fresco se observa una gran heterogeneidad con zonas claras formada por silicatos y zonas oscuras de aspecto vítreo y carácter magnético. Las muestras del grupo 3 presentan una superficie de aspecto terroso, de color rojo intenso a ocre (Fig. 2C). En corte fresco muestra una textura homogénea y compacta, y total ausencia de vesículas. Estas escorias son magnéticas.

El análisis mineralógico de las muestras ha sido realizado mediante difracción de Rayos X con un difractómetro MDP PHILIPS X'Pert. Se ha utilizado la radiación  $CuK\alpha$  y las condiciones instrumentales han sido de 40 kV y 20 mA. La mineralogía de roca total se ha analizado por el método de polvo desorientado. El estudio petrográfico se ha realizado sobre lámina delgada utilizando un microscopio polarizador Nikon eclipse

LV100POL y mediante microscopía electrónica de barrido (MEB). Para este estudio se utilizó un equipo JEOL JSM-6400 con un detector EDX INCA X-sight Serie Si (Li) pentaFET de Oxford. El análisis mediante MEB se ha realizado sobre lámina delgada metalizada con carbono.

**Resultados**

La difracción de rayos X ha permitido caracterizar los tres grupos de materiales en base a su mineralogía (Tabla I). El grupo 1 se caracteriza por la presencia de goethita ( $FeOOH$ ) y cuarzo ( $SiO_2$ ). El grupo 2 queda definido por la presencia de fayalita, cuarzo, cristobalita ( $SiO_2$ ) y vidrio. El grupo 3 se caracteriza por una mineralogía más variada, constituida fundamentalmente por la presencia de minerales de hierro como goethita, hematites ( $Fe_2O_3$ ), wustita y magnetita ( $Fe_3O_4$ ) y en menor proporción cuarzo y filossilicatos.

Petrográficamente, las muestras del grupo 1 se caracterizan por la presencia de abundantes granos de cuarzo en una matriz opaca de goethita (Fig. 2D) que al microscopio electrónico presenta textura botroidal (Fig. 2G). Esporádicamente, en estas muestras se ha identificado la presencia de siderita ( $FeCO_3$ ).

El grupo 2 se caracteriza por la gran abundancia de olivino en una matriz de vidrio con elevada cantidad de vacuolas. El olivino presenta hábitos que van desde euhedrales a subhedral-esqueletales (Fig. 2E). La composición química del olivino varía notablemente de una muestra a otra con valores  $Fa_{75}$ - $Fa_{79}$  en la muestra FE-3-3, hasta valores  $Fa_{90}$  en la muestra FE-3-2. En este grupo también se ha observado mediante microscopio electrónico la presencia sistemática de ortopiroxeno, aunque mediante DRX esta fase solo se ha podido detectar en la muestra FE-3-2. Los

Muestra	Grupo	Qtz	Crs	Phyl	Px	OI	Gt	Hem	Wus	Mag
FC-6-1	1	-	-	-	-	-	***	-	-	-
FC-6-2	1	***	-	*	-	-	**	-	-	-
FUE-1	1	-	-	-	-	-	***	-	-	-
FE-3-1	2	***	*	-	-	**	-	-	-	-
FE-3-3	2	***	-	-	-	**	-	-	-	-
FE-3-2	2	***	**	-	*	**	-	*	-	-
FUE-102	3	***	-	-	-	*	***	-	***	-
FUE-184	3	***	-	*	-	-	-	**	-	***
FUE-842	3	***	-	**	*	-	*	-	-	-

Tabla I.- Composición mineralógica de las muestras estudiadas (los tonos de gris indican los diferentes grupos) indicando para cada mineral si es muy abundante (\*\*\*), abundante (\*\*), escaso (\*) o no detectado (-). Abreviaturas según Siivola y Schmid (2007): Qtz-Cuarzo, Crs-Cristobalita, Phyl-Fayalita, Px-Piroxeno, OI-Olivino, Hem-Hematites, Wus-Wustita, Mag-Magnetita.  
 Table I.- Mineralogical composition of the studied samples (grey scale shows samples grouping) indicating for each mineral if it is very abundant (\*\*\*), abundant (\*\*), scarce (\*) or no detected (-). Abbreviations after Siivola and Schmid (2007): Qtz-Quartz, Crs-Cristobalite, Phyl-Fayalite, Px-Piroxene, OI-Olivine, Hem-Hematite, Wus-Wustite, Mag-Magnetite

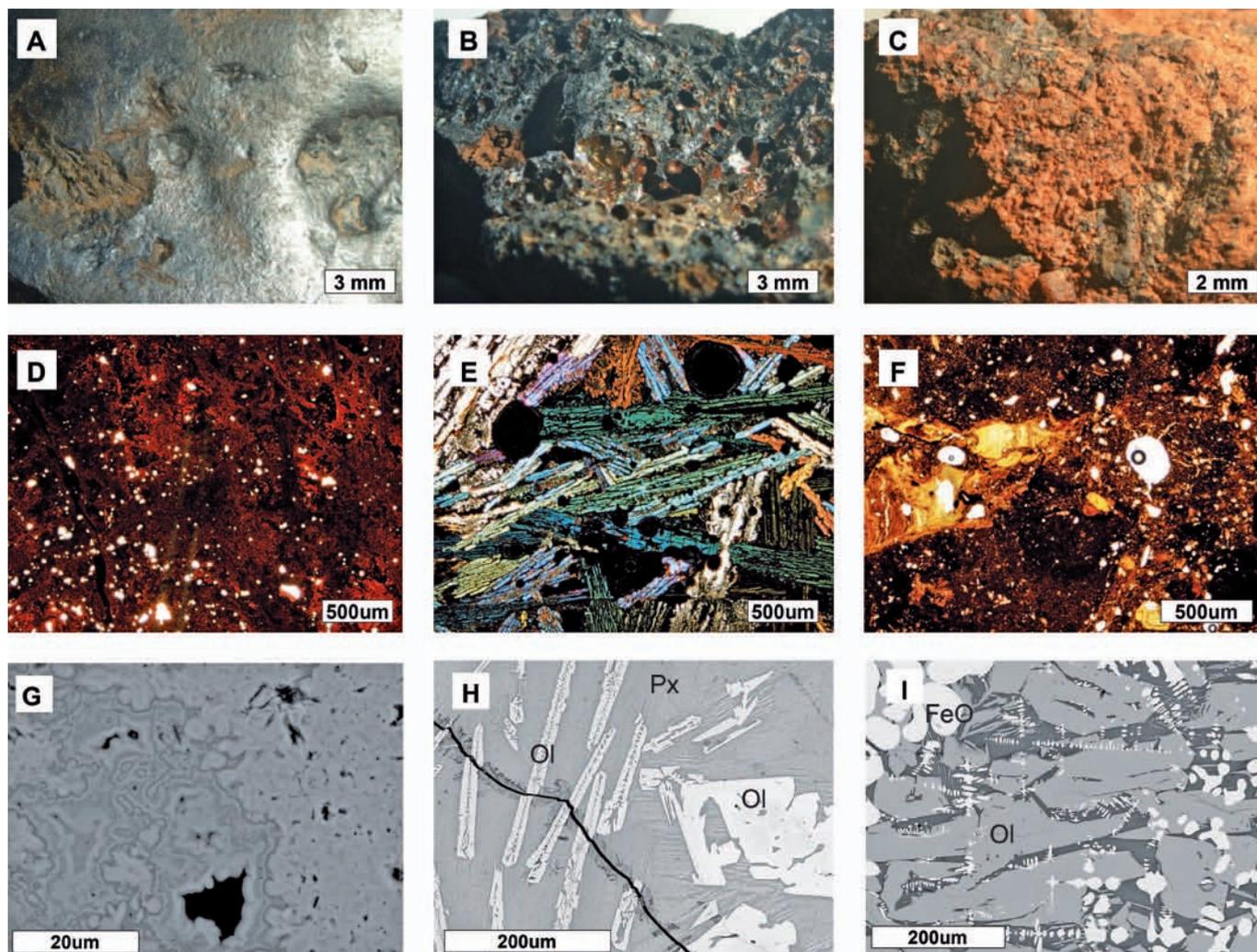


Fig. 2.- A) Aspecto de los materiales del grupo 1. B) y C) Aspecto de las escorias de los grupos 2 y 3, respectivamente. D), E) y F) Fotomicrografías mediante microscopio de luz polarizada de muestras representativas de los grupos 1, 2 y 3. G) Fotomicrografía de microscopio electrónico que muestra la textura botroidal de la goethita de los materiales del grupo 1. H) Microtextura característica de las escorias del grupo 2. I) Microtextura de wustitas dendríticas y globulares característica de las escorias del grupo 3. Ver figura en color en la Web.

Fig. 2.- A) Naked eye appearance of samples of group 1. B) and C) Naked eye appearance of slag of groups 2 and 3, respectively. D), E) and F) Photomicrographs showing representative examples of each group. G) SEM-BSE image showing botryoidal textures of group 1. H) SEM-BSE image showing microtexture of slags of group 2. I) SEM-BSE image showing dendritic and globular textures distinctive of group 3 slags. See colour figure on the Web.

piroxenos se caracterizan por presentar un hábito dendrítico con cristales de tamaño micrométrico (Fig. 2H). El vidrio en este grupo de muestras presenta contenidos elevados en sílice ( $\text{SiO}_2$ , 60 % wt) y contenidos variables en hierro ( $\text{FeO}$ , 9–20 % wt) y aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 7–16 % wt).

Las muestras del grupo 3 se caracterizan por presentar un predominio de minerales opacos formados por óxidos de hierro (Fig. 2F). La fase mineral más abundante corresponde a la wustita que aparece con diferentes morfologías desde dendríticas quasi-esféricas a forma de gota o formando intercrecimientos simplectíticos con el olivino (Fig. 2I). Estos cristales de wustita presentan trazas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$  y  $\text{TiO}_2$  con contenidos que varían entre 0,5 y 4,0 % wt

en los tres elementos. La goethita es otra fase de hierro que con frecuencia aparece tapizando microcavidades. Como fases de hierro minoritarias encontramos magnetita, hematitas y ocasionalmente, hierro metálico con forma de gota o ameboide. Otros minerales presentes en este tipo de muestras son olivino, tanto con hábitos tabulares como esqueléticos, piroxeno y cuarzo. La abundancia de olivino y piroxeno es notablemente menor que en las muestras del grupo 2. La composición química del olivino corresponde al término fayalita ( $\text{Fa}_{97}\text{--}\text{Fa}_{99}$ , muestra FUE-102). En este grupo también aparece cuarzo anhedral fuertemente fracturado. Todas estas fases aparecen una vez más, embebidas en una matriz vítrea. El vidrio de las muestras del grupo 3 presenta

contenidos notablemente inferiores en sílice con respecto al grupo 2 ( $\text{SiO}_2$ , 35–40 % wt) y mayores contenidos en hierro ( $\text{FeO}$ , 15–25 % wt), potasio ( $\text{K}_2\text{O}$ , 7–9 % wt) y calcio ( $\text{CaO}$ , 7–8 % wt).

La presencia de un olivino tipo fayalita ( $\text{Fe}_2\text{SiO}_4$ ) con texturas esqueléticas, cuarzo ( $\text{SiO}_2$ ), wustita ( $\text{FeO}$ ) dendrítica, piroxeno dendrítico y numerosas vesículas esféricas indican que las muestras de los grupos 2 y 3 corresponden a escorias férricas. Mientras que las muestras del grupo 1 no presentan características propias de escorias.

## Discusión

Durante la producción de hierro en épocas históricas se generan escorias durante

las diferentes fases del proceso productivo, tanto durante los procesos de reducción del hierro (método *'bloomery'*) como durante los procesos de purificación de la esponja ferrífera en la forja.

En base a las características morfológicas, microtexturales y mineralógicas de los materiales estudiados se han reconocido dos tipos de escorias que corresponden a las muestras del grupo 2 y a las del grupo 3.

Las muestras del grupo 1 pueden ser interpretadas como el material de partida o mena de hierro.

De hecho, las mineralizaciones de hierro explotadas en el País Vasco en época antigua estaban formadas fundamentalmente por óxido-hidróxidos de hierro tales como hematites y goethita (Gil-Crespo, 2015).

Las características mineralógicas permiten clasificar las escorias del grupo 2 como escorias de tipo SGD, es decir, "escorie grise dense" (*dense grey slag*) y las escorias del grupo 3 como escorias de tipo SFR o de gran densidad "scorie ferreuse rouillée" (*iron-rich rusty slag*), es decir escorias oxidadas ricas en hierro (Serneels y Perret, 2003). Las asociaciones minerales de estos dos grupos de escorias indican diferentes estadios en la cadena operativa producción del hierro. Tanto la ubicación de los talleres dentro del yacimiento arqueológico de Forua (Martínez Salcedo, 2014) como las características petrográficas indican que estas escorias proceden de hornos de forja y no de hornos de reducción primaria de la mena mineral.

Las escorias del grupo 2 (SGD) se caracterizan por la presencia de gran cantidad de vacuolas y gran heterogeneidad composicional, con fases silicatadas como cuarzo, tridimita, piroxeno, fayalita y óxidos de hierro de tipo wustita. Este tipo de escorias heterogéneas mineralógica y texturalmente han sido interpretadas como producto de la acumulación de desechos en el fondo del fuego de la forja, resultado del paso repetitivo del producto trabajado de la zona caliente a la zona fría de martilleo (Sanidas, 2014). Estas escorias repre-

sentarían los primeros estadios de la forja, cuando se retiran considerables cantidades de escoria de las masas de hierro de la esponja ferrífera procedente del horno de reducción.

Las escorias del grupo 3 (SFR) corresponderían a escorias generadas en fases más avanzadas, donde el material formado en la forja sería más fácilmente reconocible por su mayor proporción de hierro oxidado. De hecho, la característica fundamental de estas escorias consiste en la presencia de wustita globular y dendrítica en una matriz fayalítica junto con fragmentos de metal en forma globular o diseminados entre granos. Esta mineralología variada se corresponde con la de las cortezas oxidadas que se forman en la superficie del metal durante la forja (Le Cartier *et al.*, 2007). Sus texturas se han interpretado como resultado del batido de los materiales en el yunque, por lo que este tipo de escoria sería el último desecho del proceso de la elaboración de los lingotes de hierro (Pagès *et al.*, 2005).

### Conclusiones

La mineralología y texturas de los materiales analizados, junto con las características de los hornos y su situación en el yacimiento arqueológico permiten establecer que estos hornos no corresponden a hornos de reducción sino a hornos de forja.

Las asociaciones minerales encontradas en los restos ferruginosos procedentes del yacimiento de Forua han permitido establecer tres asociaciones diferentes, donde sólo las muestras de los grupos 2 y 3 presentan características de escorias de hierro, mientras que las del grupo 1 corresponden a fragmentos de la mena utilizada en la producción del hierro. La presencia de los materiales del grupo 1 es esporádica y se interpreta como restos de mineral sin elaborar que ha sido transportado de manera accidental desde la zona de hornos de reducción a la zona de hornos de forja.

Estas escorias aportan información acerca del proceso metalúrgico. Las escorias SGD (grupo 2) procederían de primer esta-

dio de purificación de la esponja ferrífera en la forja, mientras que las escorias SFR (grupo 3) representan un proceso de forja posterior donde se llega a observar presencia de Fe metal.

### Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado por los proyectos IT315-10 del Gobierno Vasco y GIU12/35 de la Universidad del País Vasco-UPV/EHU. Queremos agradecer los comentarios y sugerencias de Pedro Pablo Gil Crespo y de un revisor anónimo que han contribuido a la mejora del presente trabajo.

### Referencias

- Etzezarra, I. (2004). *Munibe (Antropología-Arqueología)* 56, 87-104.
- Gil Crespo, P.P. (2015). En: *Historia del hierro en Bizkaia y sus entornos*. Real Sociedad Bascongada de Amigos del País, 19-52.
- Gómez Ramos, P. (1996). *Trabajos de Prehistoria* 53, 145-155.
- Le Cartier, C., Leroy, C. y Merluzzo, P. (2007). *ArcheoSciences, revue d'Archéométrie* 31, 23-35.
- Martínez Salcedo, A. (1997). *Isturiz* 8-9, 565-578.
- Martínez Salcedo, A. (2014). *Kobie-Anejo* 13, 111-124.
- Pagès, G., Schneider, L. y Fluzin, P. (2005). *ArcheoSciences, Revue d'Archéométrie* 29, 107-116.
- Piatak, N.M., Parsons, M.B. y Seal II, R.R. (2015). *Applied Geochemistry* 57, 236-266.
- Pleiner, R. (2000). *Iron in Archaeology: the European Bloomery Smelters*. Archaeologický Ústav, Praha, 400 p.
- Sanidas, G.M. (2014). *Habitat et métallurgie en Égée du Nord*. Universidad del Lille.
- Serneels, V. y Perret, S. (2003). En: *Archaeometallurgy in Europe*. Comunicaciones, 469-478.
- Siivola, J. y Schmid, R. (2007). En: *Recommendations by the IUGS subcommission on Systematics of Metamorphic Rocks*. web v. 01.02.2007