

Santa María de Tudela: de mezquita a catedral

Doce siglos en la historia
de la ciudad a través de
la arqueología

ANEXOS



Nafarroako Gobernua
Gobierno de Navarra

Santa María de Tudela: de mezquita a catedral

**Doce siglos en la historia
de la ciudad a través de
la arqueología**

ANEXO 11

Análisis de residuos de horno

PABLO PUJOL GASTAMINZA



Nafarroako Gobernua
Gobierno de Navarra
Kultura eta Kirol Departamentua
Departamento de Cultura y Deporte

IZENBURUA / TÍTULO

Santa María de Tudela: de mezquita a catedral. Doce siglos en la historia de la ciudad a través de la arqueología

EGILEAK / AUTORES

© Jesús Sesma Sesma y M.^a Inés Tabar Sarrías,
David Alegría Suescun, Esther Aspiazu, Vicente Ferrer,
Blanca Guarás González, Igone Molinero, Maite Morata,
Luis Navas Cámara, Iñaki Pradini, Pablo Pujol Gastaminza,
Mikel Ramos Aguirre, Ana Carmen Sánchez Delgado,
Iván Senosiáin Bellart, Rafael Teijeira,
Carmen Usúa Saavedra, Lydia Zapata Peña

ARGAZKIAK / FOTOGRAFÍAS

© Servicio de Patrimonio Histórico, Gobierno de Navarra.
David Alegría, Esther Aspiazu, Vicente Ferrer, Blanca Guarás,
José Luis Larrión, Igone Molinero, Maite Morata, Iñaki Pradini,
Ivan Senosiáin y Rafael Teijeira

MARRAZKIAK / DIBUJOS

Iñaki Diéguez, Esther García Romero, Luis Navas y Pablo Pujol

ERANSKINAREN IZENBURUA / TÍTULO DEL ANEXO

Análisis de residuos de horno

ERANSKINAREN EGILEA / AUTOR DEL ANEXO

Pablo Pujol Gastaminza

ERANSKINAREN DOI ZK. / DOI DEL ANEXO

<https://doi.org/10.35462/smtudela.a11>

AZALEKO IRUDIA / IMAGEN DE LA CUBIERTA

Rueda de espuela de dieciocho puntas del enterramiento de Juan Renalt de Ujué, hijo, n.º 12 de la capilla de San Martín.

ARGITARATZAILEA / EDITA

© Nafarroako Gobernua / Gobierno de Navarra
Kultura eta Kirol Departamentua / Departamento de Cultura
y Deporte
Vianako Printzea Erakundea-Kultura Zuzendaritza Nagusia/
Dirección General de Cultura-Institución Príncipe de Viana

DISEINUA ETA MAKETAZIOA / DISEÑO Y MAQUETACIÓN

Estudio Ken

ISBN: 978-84-235-3543-9

LG/DL: NA 2774-2019

SUSTAPENA ETA BANAKETA / PROMOCIÓN Y DISTRIBUCIÓN

Nafarroako Gobernuaren Argitalpen Funtza/
Fondo de Publicaciones del Gobierno de Navarra
Navas de Tolosa, 21
31002 Iruña/Pamplona
Tel.: 848 427 121
fondo.publicaciones@navarra.es
<https://publicaciones.navarra.es>

ÍNDICE DE LOS ANEXOS

1. EXCAVACIÓN DE LAS ÁREAS	5
Ana Carmen Sánchez Delgado y M. ^a Inés Tabar Sarrías	
ÁREA 1. Capilla de San Martín	5
ÁREA 2. Capilla de San Joaquín	37
ÁREA 3. Ábside central	60
ÁREA 4. Capilla de San Juan Evangelista	84
ÁREA 5. Capilla de Nuestra Señora de la Esperanza	109
ÁREA 8. Tramo central del crucero	132
ÁREA 9. Crucero	138
ÁREA 10. Crucero junto al portal de la Virgen	143
ÁREA 11. Capilla de la Soledad	164
ÁREA 13. Antecoro	169
ÁREA 15. Capilla del Espíritu Santo	181
ÁREA 16. Sacristía de la capilla del Espíritu Santo	196
ÁREA 17. Capilla de Santa Ana	225
ÁREA 19. Coro	231
ÁREA 20. Nave de la epístola	246
ÁREA 21. Tránsito al claustro	271
ÁREA 22. Baptisterio	287
ÁREA 23. Nave del evangelio	295
ÁREA 26. Capilla Penitencial o Cristo de la Cama	321
ÁREA 27. Torre, capilla de San Antonio	339
ÁREA 30. Trascoro (tramos 28, 29, 30 y 32)	344
ÁREA 31. Patio exterior	373
ÁREA 33.	385
ÁREA 36. Antesala capitular	396
ÁREA 37. Sala capitular	414
ÁREA 38. Sondeo en el claustro	427
2. NOTICIAS HISTÓRICAS SOBRE ENTERRAMIENTOS EN LA CATEDRAL DE TUDELA	439
David Alegría Suescun	
3. MARCAS DE CANTERÍA	461
Ana Carmen Sánchez Delgado y M. ^a Inés Tabar Sarrías	
4. MODILLONES	475
Luis Navas Cámara y M. ^a Inés Tabar Sarrías	

5. LAUDAS SEPULCRALES Jesús Sesma Sesma y M. ^a Inés Tabar Sarrías	617
6. NUMISMÁTICA Jesús Sesma Sesma y M. ^a Inés Tabar Sarrías	673
7. INTERVENCIÓN EN LA EXTRACCIÓN DE AJUARES FUNERARIOS: DOS CASOS CONCRETOS Iván Senosiáin Bellart y Carmen Usúa Saavedra	749
8. CONJUNTO DE TABICAS DE ALFARJE. ESTUDIO HERÁLDICO Mikel Ramos Aguirre	767
9. ESTUDIO ANTROPOLÓGICO DE ALGUNOS ENTERRAMIENTOS Iñaki Pradini (coord.), Esther Aspiazu, Vicente Ferrer, Igone Molinero, Maite Morata y Rafael Teijeira	771
10. IDENTIFICACIÓN DE DOS MUESTRAS DE MADERA DE ESPADAS Lydia Zapata Peña	841
11. ANÁLISIS DE RESIDUOS DE HORNO Pablo Pujol Gastaminza	843
12. CARACTERIZACIÓN LITOLÓGICA DE MUROS DE LA MEZQUITA DE TUDELA Blanca Guarás González	851

11.

ANÁLISIS DE RESIDUOS DE HORNO

Pablo Pujol Gastaminza

Muestras

Con referencias 1, 2, 3 y 4.

Determinación

— Difractograma de rayos X de las muestras 1 y 4 y comparativa con bibliotecas de difractogramas.

— Prueba de sulfatos. Determinación de Ca y S mediante ICP de visión radial. Análisis termogravimétrico (TGA) sobre las 4 muestras. Valoración de resultados.

Los difractogramas se realizaron a temperatura ambiente sobre las muestras 1 y 4, previamente pulverizadas en mortero de ágata. El equipo empleado fue de la marca Siemens D-5000, y se utilizó una $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$.

Las medidas de Ca y S se realizaron con un ICP de visión radial marca Varian, modelo Vista-MPX.

Los análisis termogravimétricos se realizaron con una termobalanza de la marca TA Instruments, modelo Hi-Res TGA 2950.

Resultados

Los procedimientos utilizados no son específicos para el análisis de un yeso o una calcita. Los mismos fueron consensuados con el cliente para contestar a la pregunta de si las muestras son de yeso o de calcita.

» 1. Difracción de rayos X

Una vez conseguido el grado de molienda adecuado, se remitieron las muestras al Instituto de Materiales Avanzados (INAMAT) de la Universidad Pública de Navarra¹, donde se realizaron los difractogramas de rayos X, así como las respectivas comparativas con diversas bibliotecas computerizadas de difractogramas de materiales conocidos. Los difractogramas de las muestras 1 y 4 se adjuntan al final del presente informe. La

1. Los trabajos han sido coordinados por el Dr. Ignacio Pérez de Landazábal.

comparativa de los mismos confrontados con los datos de las bibliotecas conduce a los siguientes resultados:

- Muestra 1: «El Difractograma es compatible con carbonato de calcio (CaCO_3). La existencia de alguna reflexión no ajustada al patrón teórico del CaCO_3 indica la presencia de alguna impureza no identificada».
- Muestra 4: «Muestra compatible con carbonato de calcio (CaCO_3)».

» 2. Prueba de sulfatos

Se trata de una prueba cualitativa para determinar la existencia o no de sulfatos en las muestras, ya que el yeso es sulfato de calcio dihidrato ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). En caso positivo, y si se han tomado cantidades similares de muestra, puede indicar si tienen mucho o poco. En muestras como estas, permite comparar si las hay con mucha cantidad o poca cantidad de sulfatos. La prueba consiste en precipitar el sulfato como sulfato de bario blanco (BaSO_4), con una disolución de cloruro de bario (BaCl_2). En caso positivo, la cuantificación se hará a partir de los análisis con ICP y TGA. Los resultados obtenidos fueron:

- Muestra 1: presencia de sulfatos en pequeña cantidad.
- Muestra 2: presencia de sulfatos en grandes cantidades.
- Muestra 3: presencia de sulfatos en pequeña cantidad.
- Muestra 4: presencia de sulfatos en pequeña cantidad.

» 3. Análisis termogravimétrico (TGA). Análisis de Ca y S por ICP

El análisis TGA permite determinar el porcentaje de humedad de la muestra. Si hay yeso (dihidratado), permite evaluar la cantidad de este a partir de la pérdida de 1,5 moléculas de agua del mismo, que se da a unos 128 °C. La pérdida de las 0,5 moléculas de agua se da a unos 163 °C. En caso de existir calcita (CaCO_3), su descomposición térmica en cal (CaO) y en anhídrido carbónico (CO_2) es bien conocida y comienza a unos 530 °C, permitiendo evaluar el porcentaje de calcita en la muestra. Dependiendo de la forma de los termogramas, se puede saber en este caso, si hay yeso y calcita. Asimismo, dependiendo de la magnitud de las pérdidas de peso, se puede saber cuanto hay de cada. Si las magnitudes son pequeñas, será más fiable la información obtenida a partir de los análisis del calcio y azufre con el ICP. Por este motivo, en este punto se valoraron los datos proporcionados por ambas técnicas a la vez. Los registros gráficos de los análisis termogravimétricos (junto con las curvas de derivada del peso con la temperatura), se adjuntan al final del informe. El estudio realizado condujo a las siguientes conclusiones:

- Muestra 1: Sin duda, ha sido la más problemática de las cuatro. Ya en el resultado del difractograma y tras comentarlo con la persona que lo realizó, se vio que además de calcita, aparecieron señales de algo más. El estudio de la curva TGA reveló una pérdida de peso entre temperatura ambiente y unos 90 °C de un 1,25% (p/p) que se puede considerar humedad de la muestra. Entre 100 y 200 °C hay dos pérdidas muy leves de peso, que se corresponden a 1,5 y 0,5 moléculas de agua del yeso. Por último, la pérdida de peso del 19,49% que comienza alrededor de 510 °C, es muy característica de la pérdida de CO_2 de la calcita. El residuo que queda a 800 °C es de aproximadamente el 76%. Esto último nos dice que, además de la calcita, hay bastante residuo de algo más, que probablemente sea sílice y óxidos metálicos (de aluminio, hierro,

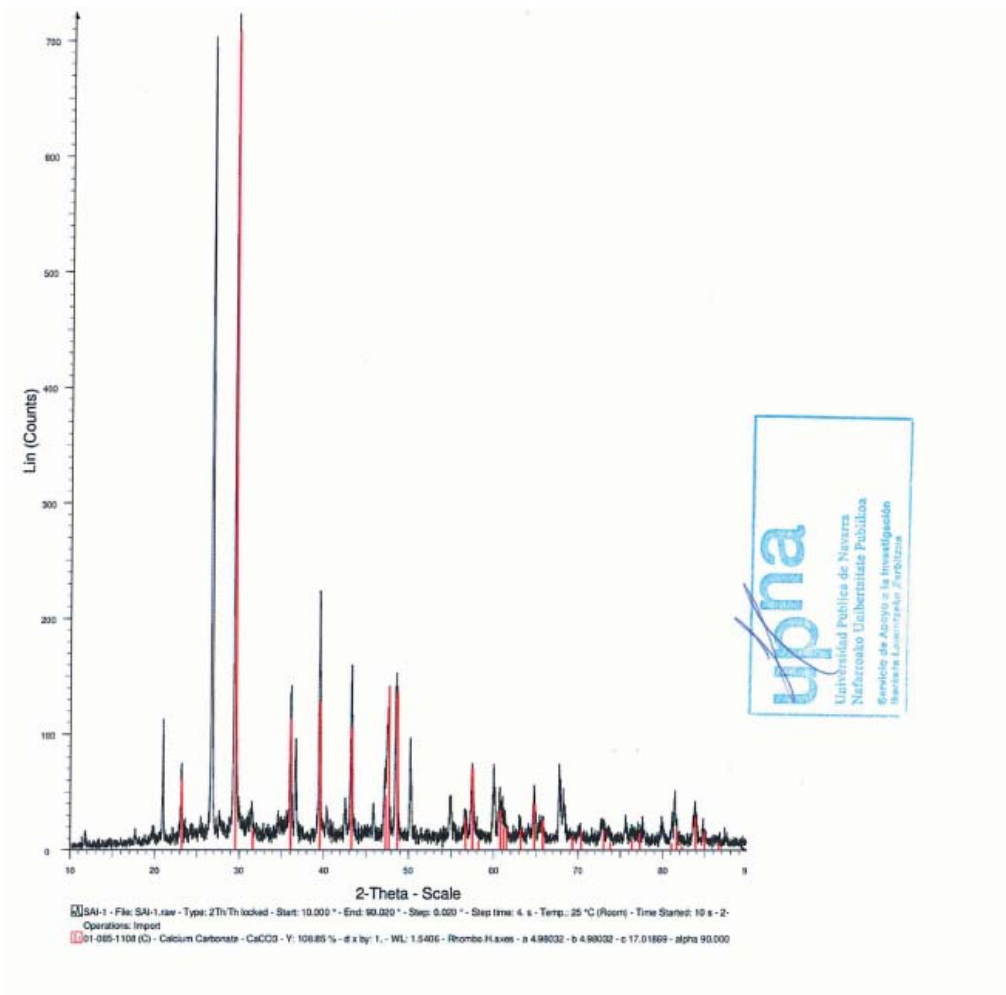
magnesio, sodio, potasio, etc.). Con lo comentado, y una vez finalizados los análisis de azufre y calcio, se obtuvo que la muestra 1 contiene:

- Humedad: 1,25%.
- Yeso: 2,27-3,18%.
- Calcita: 44,33%.

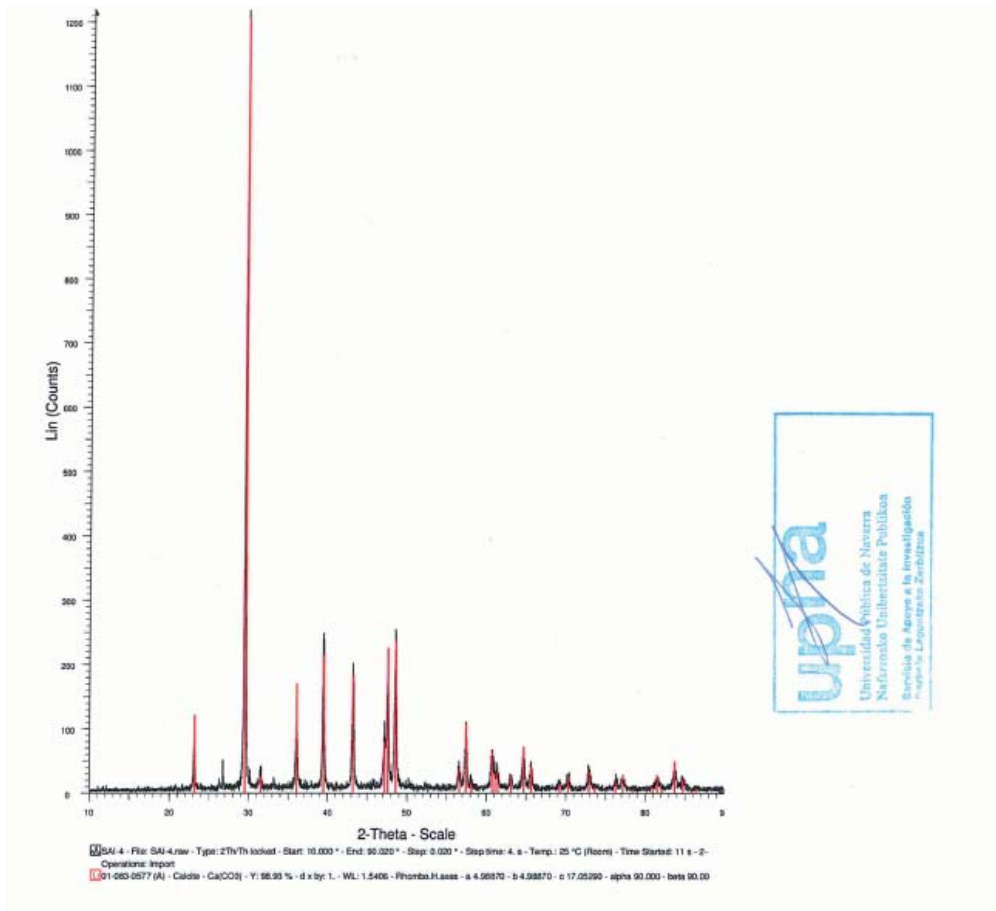
— Muestra 2: La inspección del análisis termogravimétrico indicó claramente la presencia de una pequeña cantidad de humedad (0,35%), una importante caída del 17,32% de agua (del yeso), y una pérdida de CO_2 de la calcita de 2,906%. Una vez realizados los análisis de azufre y calcio con el ICP, se obtuvo que la muestra 2 contiene:

- Humedad: 0,35%.
- Yeso: 84,48-85,49%.
- Calcita: 6,62%.
- Cal: 2,21%.

MEDIDA 1. Muestra SAI-1. Difractograma experimental (en negro) compatible con carbonato de calcio CaCO_3 (en rojo). La existencia de alguna reflexión no ajustada al patrón teórico del CaCO_3 indica la presencia de alguna impureza no identificada.



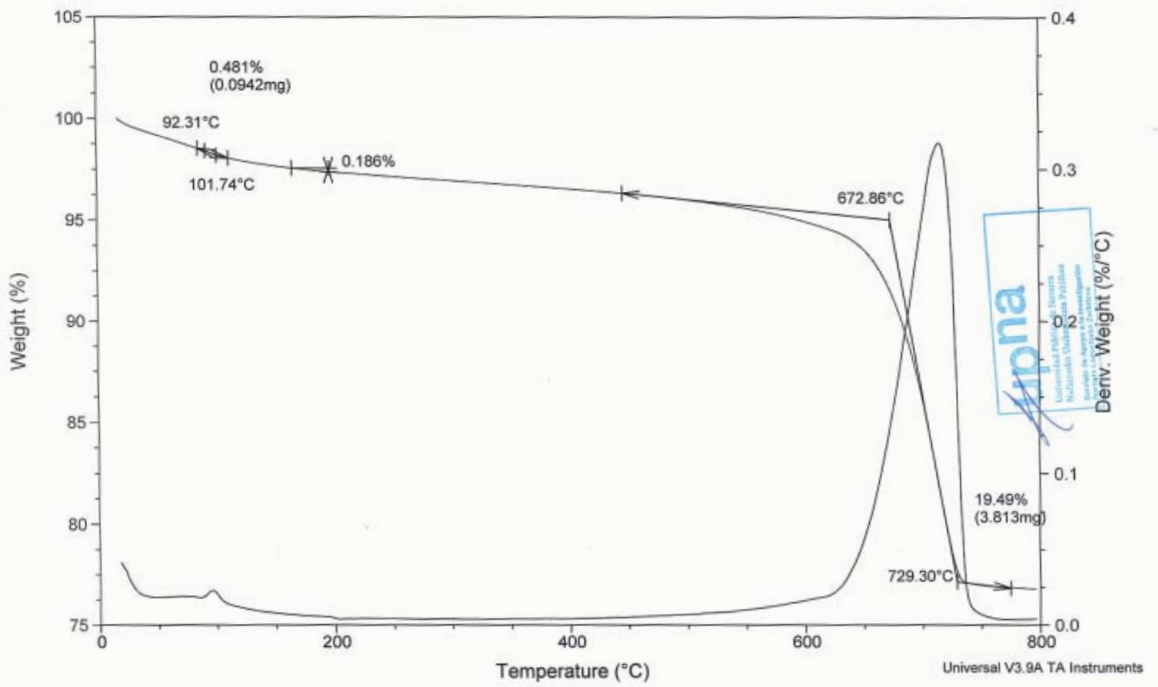
MEDIDA 1. Muestra SAI-4. Difractograma experimental (en negro) compatible con carbonato de calcio CaCO_3 (en rojo).



Sample: Muestra 1
Size: 19.5610 mg
Method: Ramp

TGA

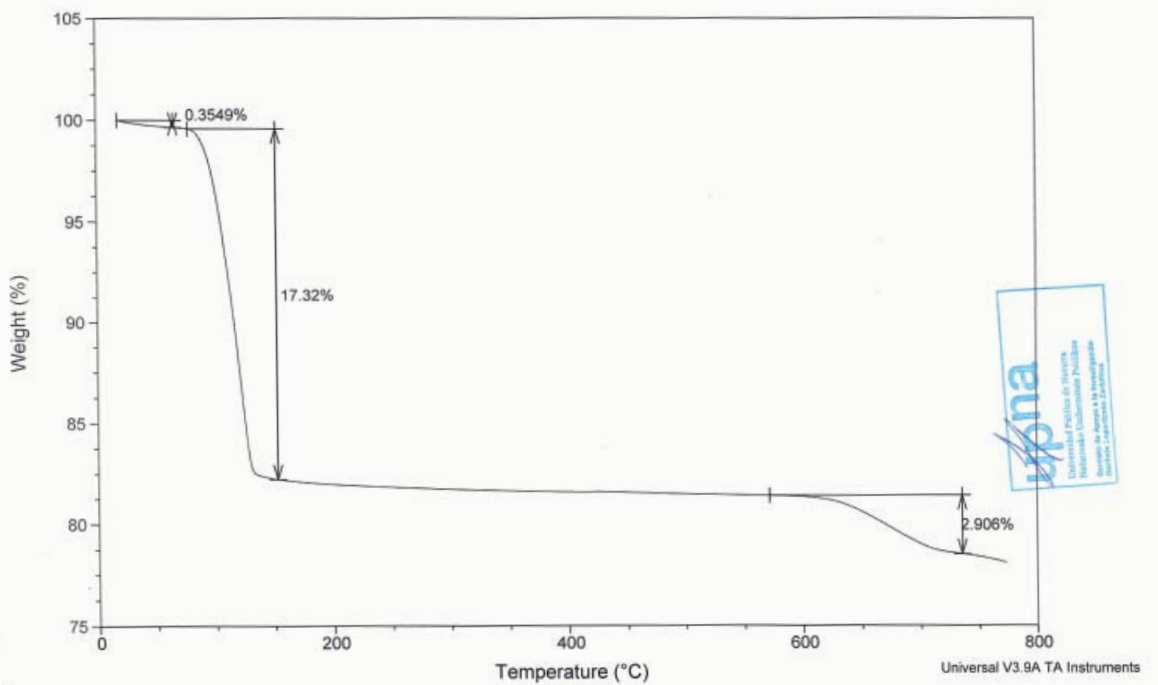
File: C:\TA\Data\TGA\2016\21-16\Muestra 1.001
Operator: R.Naya
Run Date: 9-Mar-16 10:34
Instrument: 2950 TGA HR V5.4A



Sample: Muestra 2
Size: 29.9540 mg
Method: Ramp

TGA

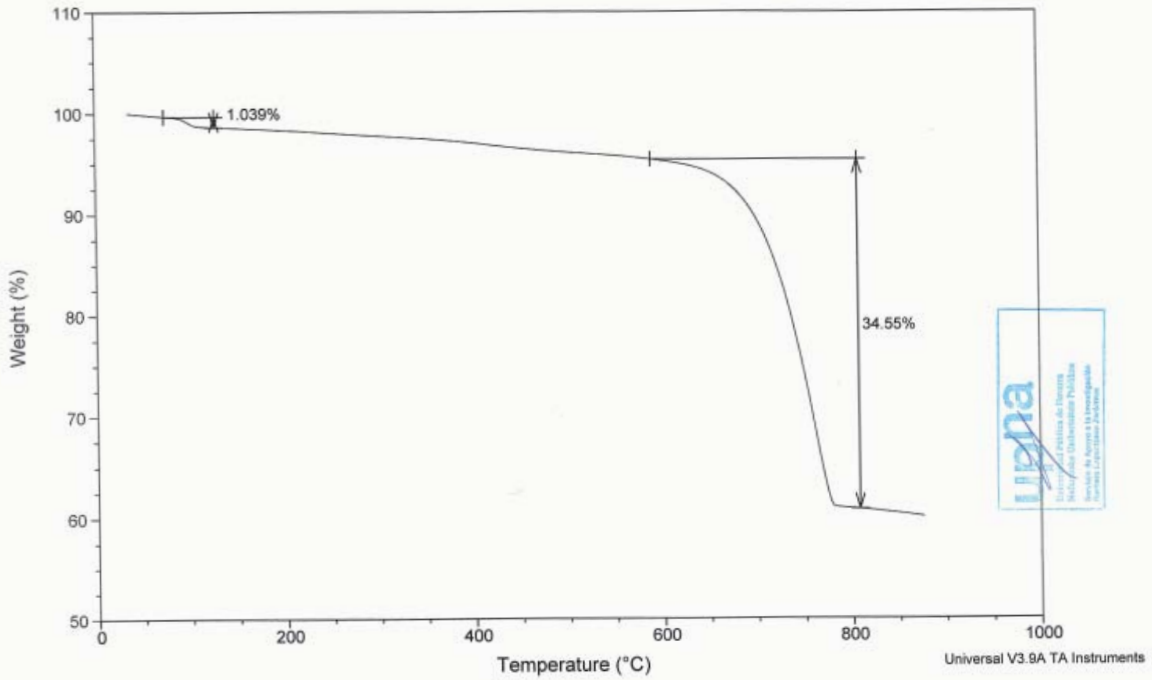
File: C:\TA\Data\TGA\2016\16-16\Muestra 2.001
Operator: Pablo Pujol
Run Date: 24-Feb-16 11:21
Instrument: 2950 TGA HR V5.4A



Sample: Muestra 3
Size: 45.5010 mg
Method: Ramp

TGA

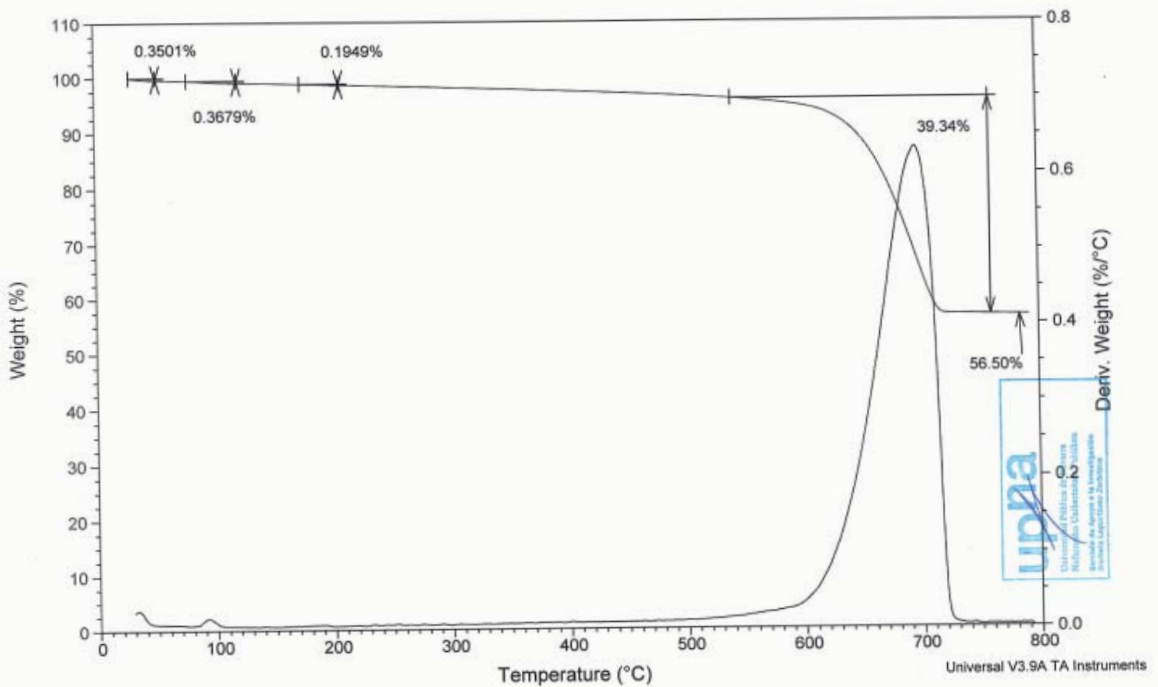
File: C:\TA\Data\TGA\2016\16-16\Muestra 3.001
Operator: Pablo Pujol
Run Date: 24-Feb-16 13:26
Instrument: 2950 TGA HR V5.4A



Sample: Muestra 4
Size: 11.6390 mg
Method: Ramp

TGA

File: C:\TA\Data\TGA\2016\21-16\Muestra 4.001
Operator: R.Naya
Run Date: 9-Mar-16 12:40
Instrument: 2950 TGA HR V5.4A



- Muestra 3: El análisis termogravimétrico reveló una pequeña cantidad de yeso (pérdida de aguas de hidratación) y una importante pérdida de CO₂ de la calcita. Realizados los análisis de azufre y calcio con el ICP, se obtuvo que la muestra 3 contiene:
 - Yeso: 4,97-5,01%.
 - Calcita: 78,58-79,5%.

- Muestra 4: El estudio termogravimétrico de la muestra 4 reveló cantidades mínimas de humedad y yeso. Sin embargo, la cantidad de calcita es muy importante. Todo ello se ve refutado con los análisis de azufre y calcio realizados. Así, se obtuvo que la muestra 4 contiene:
 - Humedad: 0,35%.
 - Yeso: 1,87-2,69%.
 - Calcita: 87,71-89,47%.