



**LE TECNOLOGIE APPLICATE
ALLO STUDIO DELLE RISORSE MINERARIE
NEL MAROCCO CENTRALE PRE-ROMANO**



**VOLUME SECONDO
SCHEDE ANALITICHE DEI CAMPIONAMENTI**

Tesi di dottorato in Archeologia

Discussa il 18/06/2021

Direttore: Prof. Hédi Dridi

Commissione: Gaspard Pagès

Laurent Callegarin

Candidato: Fiammetta Susanna

Institut d'Archéologie

Anno Accademico 2020-2021

IMPRIMATUR

La Faculté des lettres et sciences humaines de l'Université de Neuchâtel, sur les rapports de M. Hédi Dridi, directeur de thèse, professeur, Université de Neuchâtel ; M. Laurent Callegarin, Maître de Conférences, Université de Pau et des Pays de l'Adour, Pau ; M. Gaspard Pagès, Chargé de Recherches, CNRS ArScAn UMR 7041, Nanterre autorise l'impression de la thèse présentée par Mme Fiammetta Susanna en laissant à l'autrice la responsabilité des opinions énoncées.

Neuchâtel, le 18 juin 2021



Le doyen
Pierre Alain Mariaux

Les technologies appliquées à l'étude des ressources minérales au Maroc préromain

Thèses de Doctorat Faculté Des Lettres Et Sciences Humaines, Institut D'archéologie Université De Neuchâtel

Direction : Prof. H. Dridi

Commission : G. Pagès et L. Callegarin

Candidat : Fiammetta Susanna

Ce travail vise à apporter de nouveaux éléments pour une interprétation plus actuelle des processus économiques antiques du Maroc de la protohistoire à l'époque pré-romaine. Cette étude s'est déroulée à travers l'analyse des nombreux vestiges de traitement pyrométallurgique, retrouvés à proximité des bassins miniers et s'est focalisée sur des contextes apparemment sans rapport avec la zone traditionnellement considérée comme d'influence punique. Le projet de recherche a donc utilisé des informations recueillies sur la base de nouvelles perspectives d'investigation archéologique et avec l'apport de données obtenues à l'aide de méthodologies modernes, basées sur des technologies scientifiques relatives aux activités archéométrallurgiques.

Cette étude analyse à la fois les scories provenant des anciennes mines prospectées, et les données analytiques rapportées dans la bibliographie faite sur les artefacts métalliques de production et d'imitation puniques, trouvés dans les sites proches de ces zones minières.

Les échantillons ont été analysés par microscopie électronique à balayage équipé avec microanalyseur à Rayon X en dispersion d'énergie (SEM-EDS), par diffractométrie des rayons X (XRD) et par spectroscopie MicroRaman.

L'articulation des données archéologiques a permis d'expérimenter pour la première fois, grâce à un traitement SIG, la possibilité de se connecter dans un système géoréférencées toutes les informations d'enregistrement topographique des documents archéologiques à celles dérivées des résultats analytiques. L'intégration des données archéologiques, scientifiques et territoriales a conduit à une connaissance des pratiques économiques à l'époque préromaine totalement inédite par rapport aux théories en vigueur, apportant des preuves concrètes et une valeur pertinente à l'importance de la composante autochtone avant, pendant et après l'apport de la culture punique.

Mot-clé : autochtone, socio-économique, Centre du Maroc, sites miniers, prospection archéologique, analyses archéométriques, SIG

Applied Technologies to the study of mining Resources in Pre-Roman Central Morocco

Doctoral theses Faculty of Letters and Human Sciences, Institute of Archaeology University of Neuchâtel

Director : Prof. H. Dridi

Commission : G. Pagès et L. Callegarin

Candidate: Fiammetta Susanna

This work aims to bring new elements for a more current interpretation of the ancient economic processes of Morocco from proto-history to the pre-Roman era. This study was carried out through the analysis of numerous remains of pyrometallurgical processing, found near the mining areas and focused on contexts unrelated to the area traditionally considered to be of Punic influence. The research project therefore utilized information collected on the basis of new archaeological investigation perspectives with the contribution of data obtained by using scientific technologies applied to the chemical and physical analyses on residual materials related with archaeometallurgical activities.

This study takes in consideration either slag coming from the prospected ancient mines, both analytical data reported in the bibliography concerning metal artefacts of Punic production and imitation, found in the sites near the considered mining areas.

The samples have been analysed by scanning electron microscopy coupled with energy dispersion microanalysis (SEM-EDS), by X-ray diffractometry (XRD) and by micro-Raman spectroscopy.

The articulation of archaeological data lead to experiment for the first time, through a GIS processing, the possibility of connecting in a georeferenced system all the topographical registration information of the archaeological records to those derived from the analytical results.

The integration of archaeological, scientific and territorial data has allowed a knowledge of economic practices in pre-Roman times totally new with respect to the theories in force, giving a concrete evidence and a relevant value to the importance of the autochthonous component before, during and after. the contribution of Punic culture.

Key Words: Autochthonous, Socio-Economy, Central Morocco, Mining Sites, Archaeological Prospecting, Archaeometric Analysis, GIS

SOMMARIO DEL VOLUME II

1.	APPENDICE 1: <i>Le analisi dei Campioni</i>	P.9
1.1.	LE MINIERE DI FERRO: TAZA E TAZEKKA	P.11
1.2.	LE MINIERE DI GALENA: AOUAM	P.39
1.3.	LE MINIERE DI RAME: DAI	P.117
1.4.	LE MINIERE DI PIOMBO: AOULI, MIBLADEN	P.131
2	APPENDICE 2: <i>Equipe e fortuna della ricerca</i>	P.149

1. LE ANALISI DEI CAMPIONI

In questa sezione aggiuntiva vengono descritte le analisi svolte sui campioni raccolti durante le diverse fasi di prospezione. La presentazione dei metodi di campionamento e di analisi è stata precedentemente descritta nel capitolo 3.2, in questa sezione si presentano esclusivamente i dati ottenuti, organizzati seguendo il principio di descrizione utilizzato nel testo. Pertanto le schede analitiche sono organizzate per macro-tipologie: miniere con attestazioni antiche e miniere prive di dati archeologici. All'interno di queste tipologie si distinguono le miniere per minerale primario estratto. Le schede analitiche sono correlate di un'osservazione specifica del campione, mentre si rimanda al paragrafo 3.5 per una discussione più generale e comparativa di quanto è emerso dai dati ottenuti.

Ogni scheda analitica è citata nel testo di riferimento, in modo da rendere più semplice un confronto incrociato.

Sono stati prelevati circa 70 campioni, costituiti da scorie, frammenti ceramici e frammenti lapidei, raccolti con criteri ben specifici e descritti nel cap. 3.2.

Di questi sono stati analizzati circa 40 reperti archeometallurgici, scelti in seguito ad un esame macroscopico in base alle caratteristiche morfologiche.

Una valutazione dei dati analitici riconducibili a composti specifici o fasi di lavorazione sono tratti da considerazioni riportate in testi sull'archeometallurgia:

Hans-Gert Bachmann, *The identification of slags from archaeological sites* University College London institute of Archaeological publication Vol 28, Walnut Creek 2009.

P.T. Craddock - M.J. Hughes (edd.), *Furnaces and smelting Technology in Antiquity*, British Museum occasional paper N.48, 1992.

D. A. Scott, *Metallography and microstructure of Ancient and Historic Metals*, Paul Getty Conservation Institute, Malibu 1991.

Le modalità di indagine SEM sono state scelte in funzione dei particolari morfologici, strutturali e compositivi necessari per un possibile inserimento del materiale pirometallurgico nel quadro archeo-mineralogico dell'area di interesse. La scoria, dopo una pulizia intesa alla sola asportazione meccanica della terra costituente il deposito superficiale, è stata posizionata nella camera della strumentazione in basso vuoto (10Pa) e analizzata senza alcun trattamento superficiale utilizzando un potenziale del fascio elettronico di 25 KeV e il detector che consente di ottenere immagini in elettroni secondari anche in condizioni di vuoto variabile (VPSE). Le indagini effettuate sono presentate nelle figure dove, accanto all'immagine SEM, sono riportati gli spettri EDS relativi alle parti contrassegnate. Negli Spettri EDS sono evidenziati in rosso gli elementi significativi, utili per una possibile classificazione della scoria.

1.1. LE MINIERE DI FERRO: TAZA E TAZEKKA

Nella regione di Taza sono state esplorate due miniere, la prima quella di Taza Chiker (campioni contraddistinti da sigla Tach) e quella di Ain el Awda campioni (contraddistinti da sigla Ta).

Nella prima miniera i campioni sono stati raccolti in quella che sembrava l'area di lavoro e di scarto posizionata a pochi metri a nord della miniera moderna. Qui vi sono due enormi butti di materiale di scarto moderno, di qualche decina di tonnellate, con un'altezza di un paio di metri (Tav. § 3.3, Fig. 7); all'interno degli strati alla base di questi enormi butti, sono state messe in luce delle presunte tracce di forno sul terreno e delle scorie preindustriali, le uniche rinvenute prospettando attorno a questo sito.

La miniera di Ain el Awda è organizzata secondo due terrazzamenti, il primo, più in basso, è occupato da un abbondante scarico di detriti e scorie, mischiati gli uni agli altri in grandi cumuli, dal quale provengono i campioni analizzati. È possibile che su questo primo terrazzamento, vicino allo scarico ci fosse attività metallurgica, infatti si può notare la presenza di alcune rudimentali fornaci (Tav. § 3.3, Fig.9).

LOC.	N. CAMPIONE	MINIERA	DESCRIZIONE	DATA CAMP.	ANALISI	2° ANALISI
TAZA	41 Tach	Chikere	3 Frammenti di ceramica	Settembre 2015		
TAZA	44 Tach	Chikere	1 Scoria di colore arancio ed aspetto compatto con presenza di minerali	Settembre 2015		
TAZA	43 Tach (43A;43B;43C)	Chikere	a-1 Scoria di colore nero-marrone ed aspetto spugnoso; b-1 Scoria proveniente dai cumuli davanti al pozzo moderno; c-Scoria di colore marrone-arancio ed aspetto spumoso-compatto.	Settembre 2015	Analisi [SEM - EDS DI A, B, C (DI 43 C NO IMG SEM)]	Analisi (XRD) su A e B
TAZA	42 Ta (42A;42B;42C;42D; 42E;42F)	Ain Al Ayda (tav. 3)	a-1 Scoria di colore bianco-rosato ed aspetto compatto; b-1 Scoria di colore rossastro ed aspetto spugnoso con pori piccoli; c-1 Scoria di colore nero; d-Scoria di colore nero-arancio ed aspetto spugnoso; e-1 Scoria di colore nero-arancio ed aspetto compatto. f-1 Scoria di colore nero-arancio ed aspetto compatto.	Settembre 2015	Analisi (SEM - EDS) [su 42 C]	
TAZA	46 Tach (46A;46B;46C)	Chikere	a-1 Frammento di parete di forno con una parte compatta stratificata di roccia e una parte, quella interna di scoria, spumosa di colore nero-rosso. Proveniente dal pozzo moderno; b-1 Scoria di colore nero-marrone con punti arancio-rossicci ed aspetto spumoso. Presenza di cristalli. Proveniente dal pozzo moderno; c-1: Scoria di colore grigio-rossastra ed aspetto a strati-compatto. Proveniente dal pozzo moderno.	Settembre 2015	Analisi (SEM - EDS) A, B, C	
TAZA	45 Tach (45A;45B)	Chikere	a-1 Frammento di scoria di colore nero e parti aranciate. b- altri 9 Piccoli frammenti di scorie di colore nero e aspetto vetroso.	Settembre 2015		
TAZA	//////	Daya Chikere-Turnulo	1 fibula in rame a omega	MONTERO RUIZ et alii, 2012.	Analisi da bibliografia	

Tab. I: Elenco dei campioni prelevati ed analizzati nell'area di Taza.

CAMPIONE N° 43a TAch

Taza Miniera Chikere–Cumuli davanti al pozzo moderno

Aspetto vacuolizzato con porosità diffusa visibile soprattutto in sezione. Il colore è nero–marrone all'esterno e nero all'interno, come è evidenziato in Fig. 1 nella quale è indicata la linea di taglio per la realizzazione del campione da sottoporre all'analisi SEM-EDS.

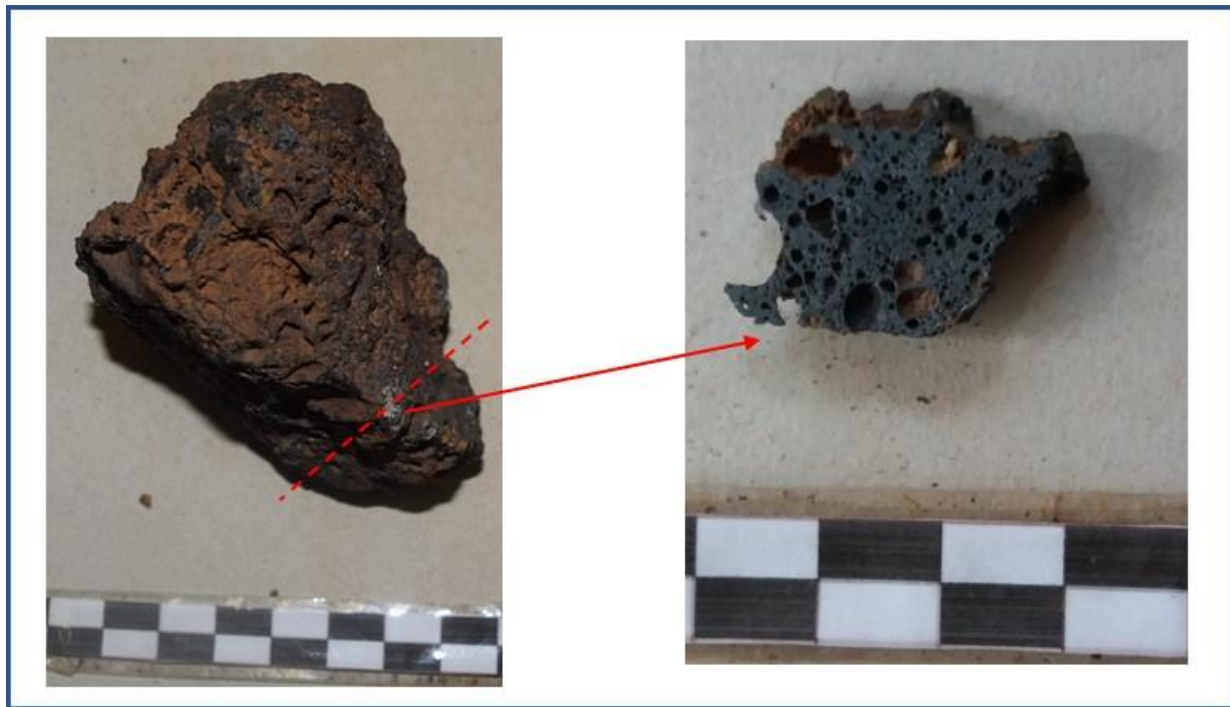


Fig. 1. Campione 43 a TAch con indicata la linea di taglio da cui si è ottenuto il frammento da sottoporre ad analisi SEM-EDS

Le immagini SEM, mostrano la struttura della wustite (FeO), la cui presenza è confermata dalle analisi XRD, Fig. 2, oltre che dalle analisi composizionali EDS che hanno rilevato gli elementi chimici ferro e ossigeno, Figg.3-5.

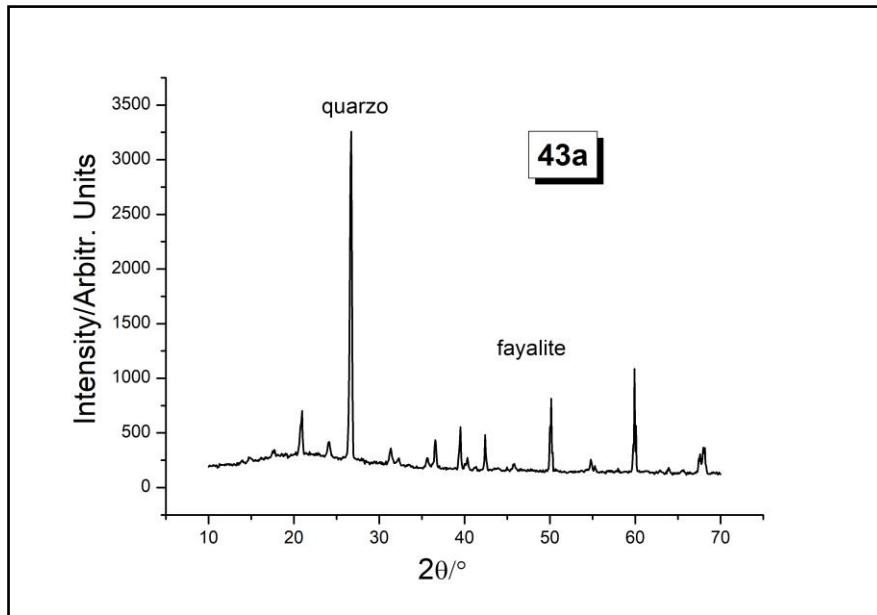


Fig. 2. Diffratogramma XRD del campione 43 a TAc

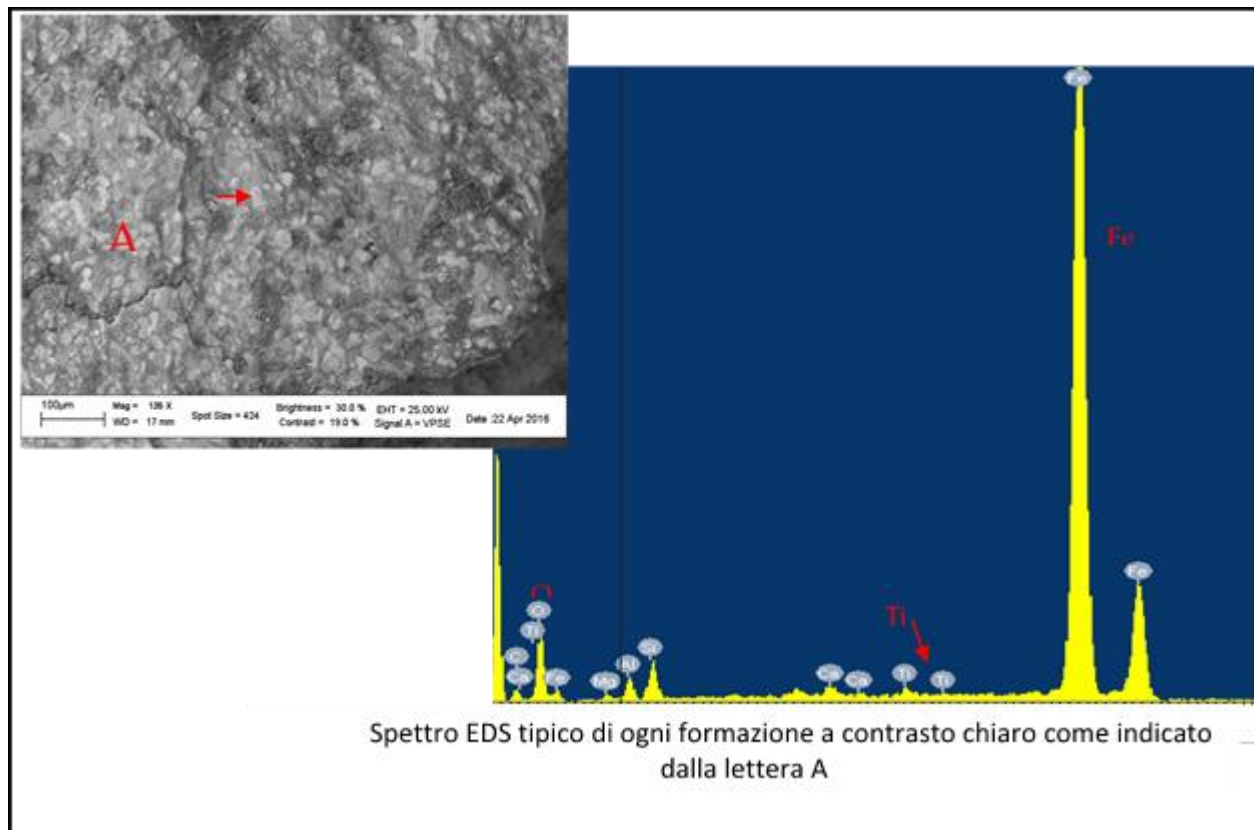


Fig. 3 Immagine SEM dove la freccia A indica le formazioni a contrasto chiaro oggetto di analisi

La presenza della fayalite è il risultato di un rapido raffreddamento delle scorie al

termine del processo pirometallurgico, che impediva la dissociazione della wustite con la conseguente formazione di FeO e Fe₃O₄. La presenza di questo minerale conferma anche il grado di abilità dell'operatore, in quanto, svolgendo il processo in modo rapido con la creazione di un idoneo ambiente di lavorazione, si incrementa l'efficienza della trasformazione del minerale metallico in metallo con poca perdita dello stesso nella scoria.

Nella Fig. 4 È evidente la presenza di un macrocristallo con una composizione riconducibile a un silicato di ferro.

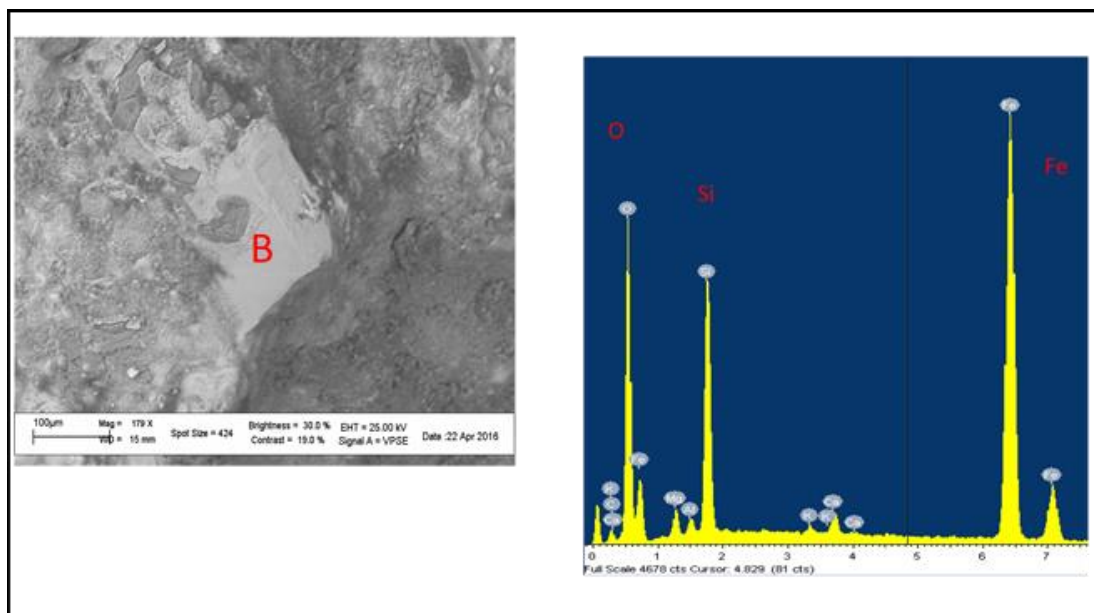


Fig.4 Immagine SEM con indicata la parte cristallina B analizzata in EDS ed il relativo spettro.

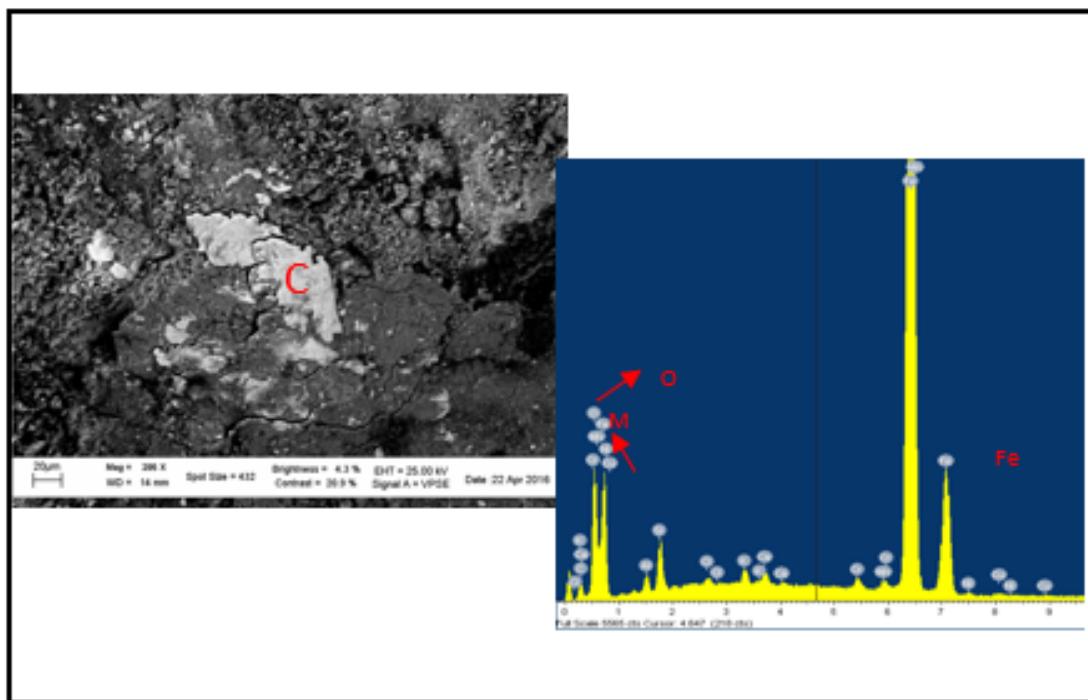


Fig. 5 Immagine SEM con indicata l'area di contrasto omogeneo sottoposta ad indagine EDS e relativo spettro in energia.

I dati quantitativi ricavati dagli spettri riportati in Figg 3-5, sono presentati in Tab. I

TAB I percentuale in peso (wt% \pm 0.2) degli elementi riscontrati con l'analisi EDS nelle aree indicate nelle immagini SEM

	C	O	Mg	Al	Si	K	Ca	Cr	Ti	Fe	Ni	Cu
A	7.5	12.7	0.6	1.8	2.4	-	0.4	-	0.4	74.2	-	-
B	5.1	42.2	2.1	0.8	11.1	0.2	0.8	-	-	37.7	-	-
C	3.6	14.4	-	1.1	2.4	0.5	0.4	0.4	-	75.8	0.3	0.3

Il campione presenta come elemento principale il ferro in tutti e tre i punti analizzati. Nel punto A è stato rilevato lo 0.4 % in peso di titanio. Nel punto B è presente il silicio come elemento principale; nel punto C sono presenti come elementi in traccia cromo, nichel e rame.

Si tratta, quindi, presumibilmente di una scoria di *smelting* del ferro. La presenza della fayalite è confermata dall'analisi XRD.

CAMPIONE N° 43 b TAch

Provenienza: Taza Miniera Chikere – Cumuli davanti il pozzo moderno

La scoria (Fig. 1) è stata prelevata della miniera di Taza Chikere, in rappresentanza di uno dei moltissimi materiali di scarto con le stesse caratteristiche morfologiche che formano i cumuli davanti al pozzo moderno. L'aspetto è spugnoso con una porosità diffusa, soprattutto internamente. Il colore è marrone–arancio con piccole zone di colore giallo–arancio; all'interno sono presenti zone di colore nero. Mostra un evidente ed esteso degrado.



Fig. 1. Scoria prelevata nell'area della miniera di Taza Miniera Chikere, identificata come campione 43b.

L'osservazione del campione mediante il SEM ha permesso di identificare una morfologia per lo più uniforme, ben rappresentata dall'area A nella Fig. 2. Casualmente sparse all'interno sono presenti formazioni cristalline isolate e con abito ben definito (area B in Fig. 3).

Entrambe le zone A e B sono state analizzate mediante tecnica EDS; le immagini e i relativi spettri sono riportati in Fig. 2, 3.

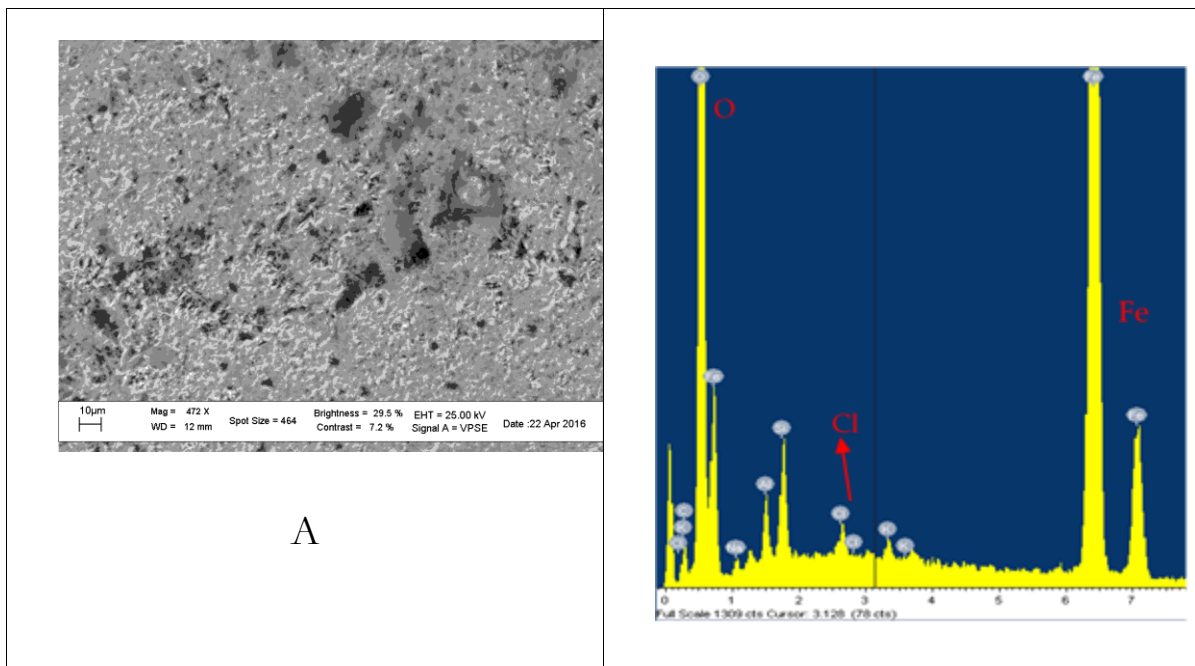


Fig. 2. Immagine SEM in elettroni retrodiffusi dell'area sottoposte ad analisi EDS con il relativo spettro.

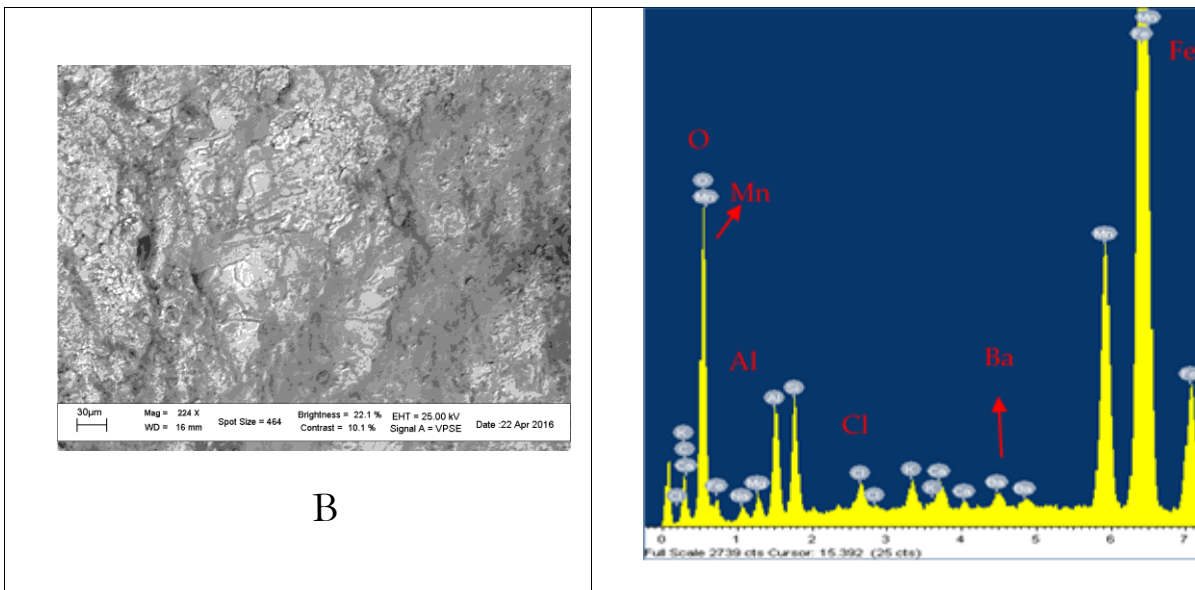


Fig. 3. Immagine SEM in elettroni retrodiffusi con indicate l'area sottoposte ad analisi EDS

I valori semiquantitativi dell'abbondanza dei singoli elementi sono riportati in Tab.I; tutti i valori sono stati normalizzati a 100 per una possibile valutazione stechiometrica di eventuali composti.

TAB. I. Percentuale in peso (wt% \pm 0.2) degli elementi riscontrati con l'analisi EDS nelle aree indicate nelle immagini SEM

	C	O	Na	Mg	Al	Si	Cl	K	Mn	Fe	Ba
A	3.8	45.5	1.0	-	1.6	2.3	0.4	0.2	-	44.7	-
B	11.4	23.7	0.8	0.9	3.0	3.0	0.4	0.5	10.4	43.9	1.0

In ambedue gli spettri, gli elementi principali sono l'ossigeno e il ferro; nel punto B è presente anche il manganese con una percentuale in peso pari a 10.4. Per quanto riguarda gli elementi in traccia il cloro è presente in entrambi i punti analizzati, nel punto B è presente anche il bario.

Le analisi XRD, Fig.4 hanno evidenziato la presenza di goethite.

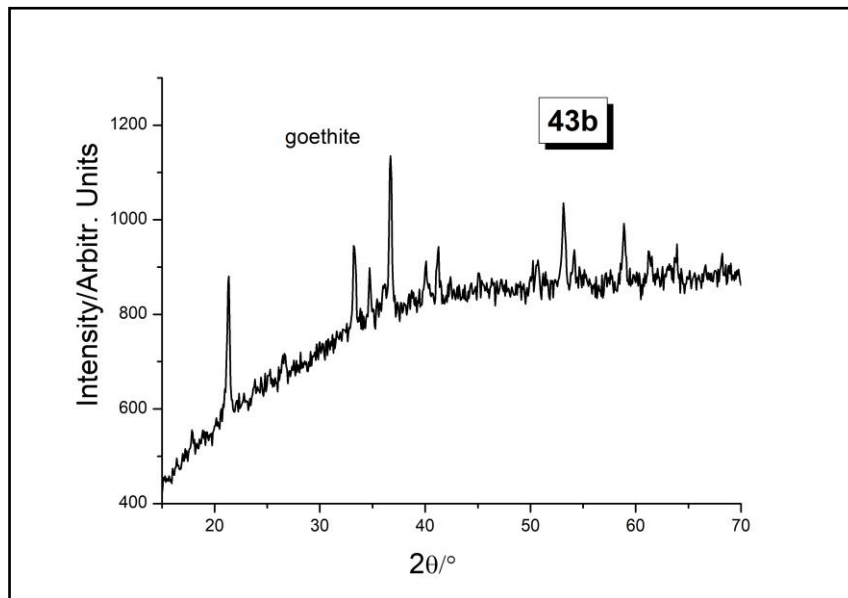


Fig. 4. Diffrattogramma XRD del campione 43 b T Ach

Si tratta probabilmente di una scoria di *smelting* del processo pirometallurgico di trasformazione dei minerali ferriferi in ferro.

CAMPIONE N° 43c TAch

Provenienza: Taza Miniera Chiker – Cumuli davanti il pozzo moderno

La scoria (Fig. 1) ha un aspetto compatto ed è priva di porosità. Il colore è grigio metallico. Non presenta degrado.



Fig. 1. Scoria da Taza Miniera Chiker denominata campione 43c

Dato l'aspetto compatto della scoria, per effettuare l'analisi SEM-EDS si è preferito prelevarne una parte riducendola in polvere per una migliore definizione degli elementi costituenti attraverso l'analisi EDS (Fig. 2).

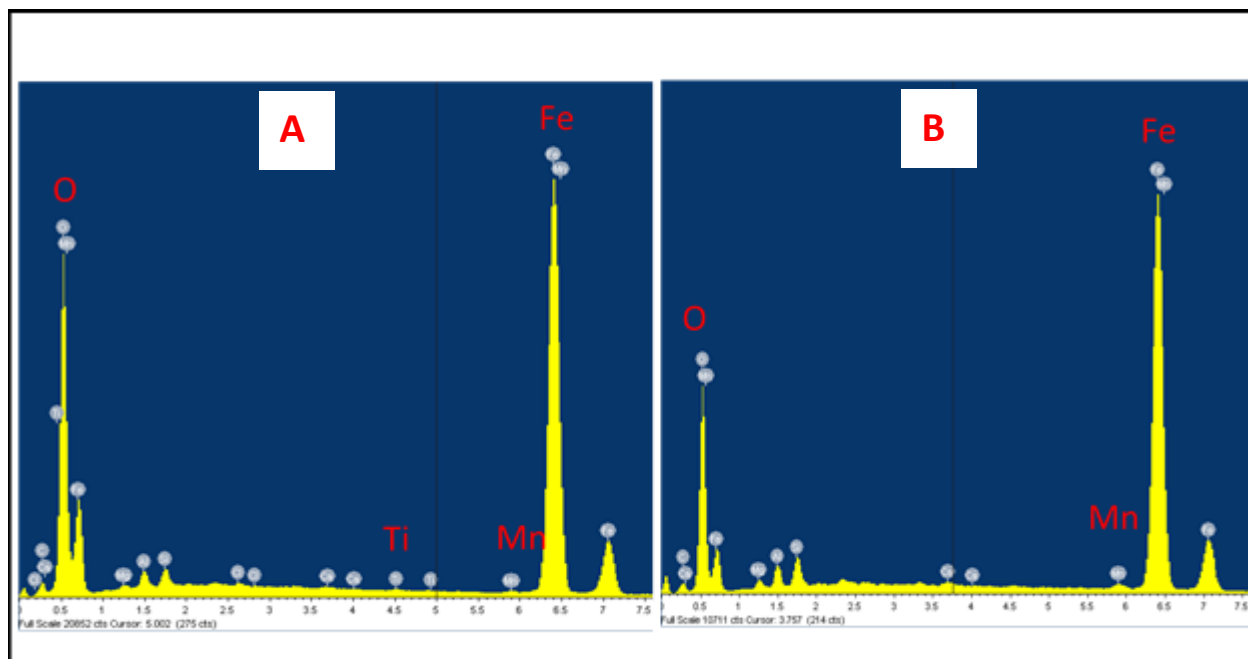


Fig. 2. Spettri EDS relativi a due analisi del campione in polvere.

I valori quantitativi delle abbondanze degli elementi individuati non consentono di risalire alla formulazione dei possibili composti presenti nella scoria, si può ipotizzare che esso sia formato da una miscela di ossidi di ferro.

TAB. I Percentuale in peso ($wt\% \pm 0.2$) degli elementi riscontrati con l'analisi EDS

	C	O	Mg	Al	Si	Ti	Mn	Fe
Spettro A	6.0	45.3	0.4	1.1	1.0	0.1	0.1	45.5
Spettro B	5.9	35.6	1.1	1.9	2.1	-	0.5	52.4

Gli elementi principali riscontrati nel campione analizzato sono ferro e ossigeno; sono anche presenti tracce di manganese e di titanio. In base a questi dati si può desumere che il campione potrebbe essere una scoria riferibile a una fase intermedia del processo di *smelting* del ferro.

CAMPIONE N. 46a Taza–Chikere

Provenienza: coordinate geografiche (generiche): 34° 5'14.43"N - 4° 6'26.29"

Dalla miniera di Taza–Chikere, provengono frammenti di materiale lapideo, che presenta strati di diverso colore e consistenza, individuati come differenti fasi di ossidazione del ferro; tra questi la fase più abbondante è stata riconosciuta come ematite in base alle analisi XRD.

Come esemplificativa dell'intera campionatura descriviamo la scoria 46A (Fig. 1) che consiste in un frammento di materiale lapideo prelevato a bocca di miniera in un pozzo antico in prossimità della miniera moderna di Chikere. Come le altre, presenta un aspetto compatto nella parte esterna e pulverulento in quella interna. Come evidenziato in Fig. 1, la parete esterna è di colore marrone, mentre quella interna presenta gradazioni di colore dal marrone molto scuro al giallo–arancione, che indicano diversi stadi di alterazione del metallo.



Fig. 1. Scoria per analisi: campione 46°

Per l'analisi SEM-EDS sono state prelevate le polveri di differente colore utilizzando uno spazzolino con setole vegetali. Gli spettri EDS delle quattro differenti polveri sono riportati in Fig. 2.

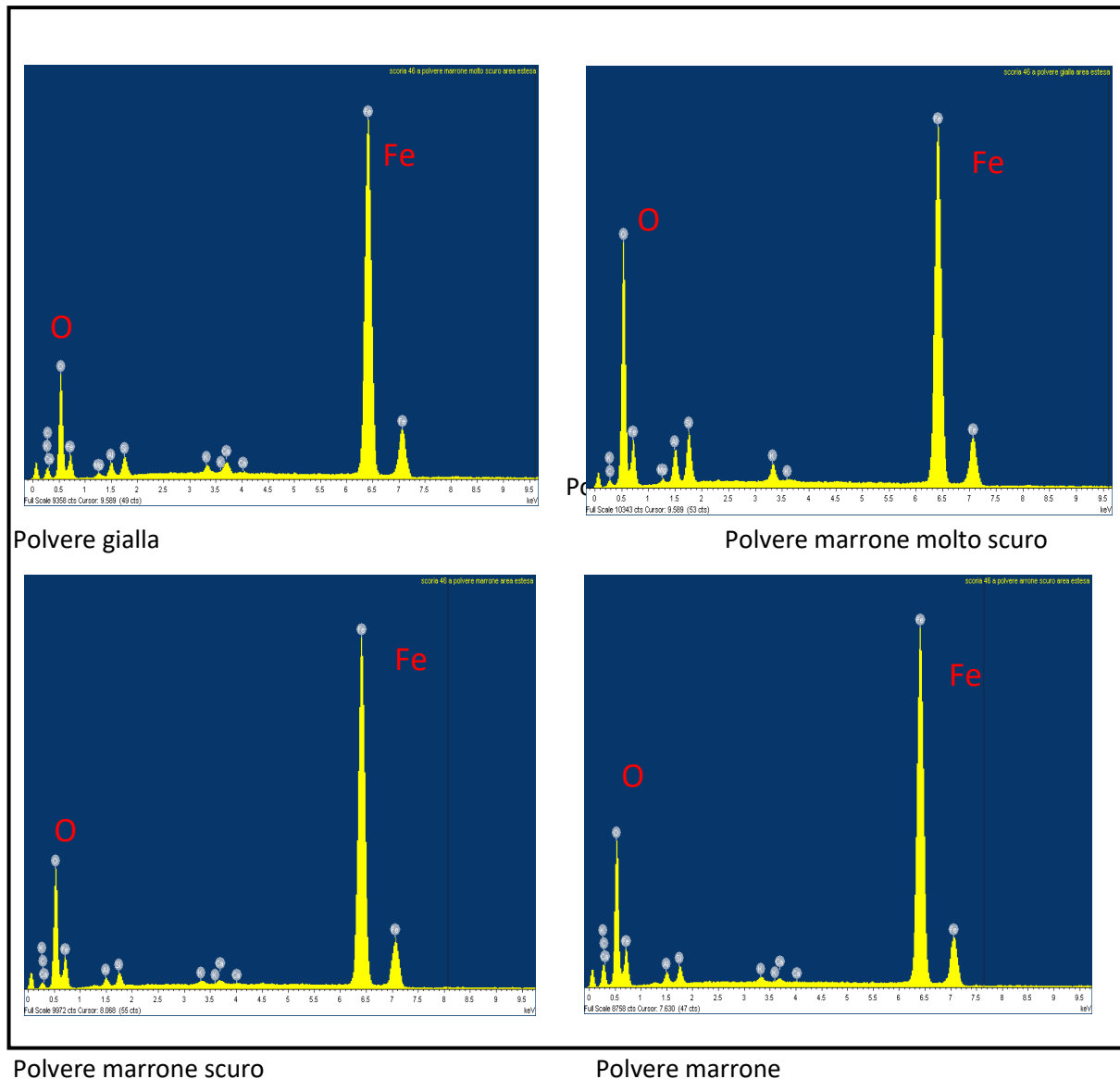


Fig. 2. Spettri in energia delle polveri del campione 46a, con indicati gli elementi maggioritari.

L'andamento degli spettri è praticamente lo stesso in tutte e quattro le determinazioni EDS. È interessante notare che, aumentando il tempo di acquisizione dati per la rilevazione di eventuali elementi minoritari, differenti da quelli caratteristici di un materiale terroso, non sono state osservate negli spettri variazioni di rilievo.

Anche la valutazione semiquantitativa della presenza degli elementi non consente di fare dell'attribuzione sulla natura dei composti presenti, se non di attestare che si tratta di ossidi del ferro. I dati SEM-EDS vengono comunque riportati per permettere confronti con futuri dati omologhi.

TAB. 1 Percentuale in peso (wt% \pm 0.2) degli elementi riscontrati con l'analisi EDS nelle aree indicate nelle immagini SEM

	C	O	Mg	Al	Si	K	Ca	Fe
Polvere gialla	2.5	41.1	0.5	2.9	3.7	0.9	-	48.1
Polvere marrone molto scuro	7.6	27.0	0.6	1.5	1.8	0.5	0.8	59.8
Polvere marrone scuro	14.3	33.4	-	1.0	1.2	0.2	0.1	49.4
Polvere marrone	4.4	28.8	-	1.1	1.4	0.2	0.2	64.4

L'analisi alla diffrazione di raggi X ha potuto stabilire che le polveri analizzate sono riconducibili a diverse fasi di alterazione di composti del ferro, e specificatamente a ematite e goethite.

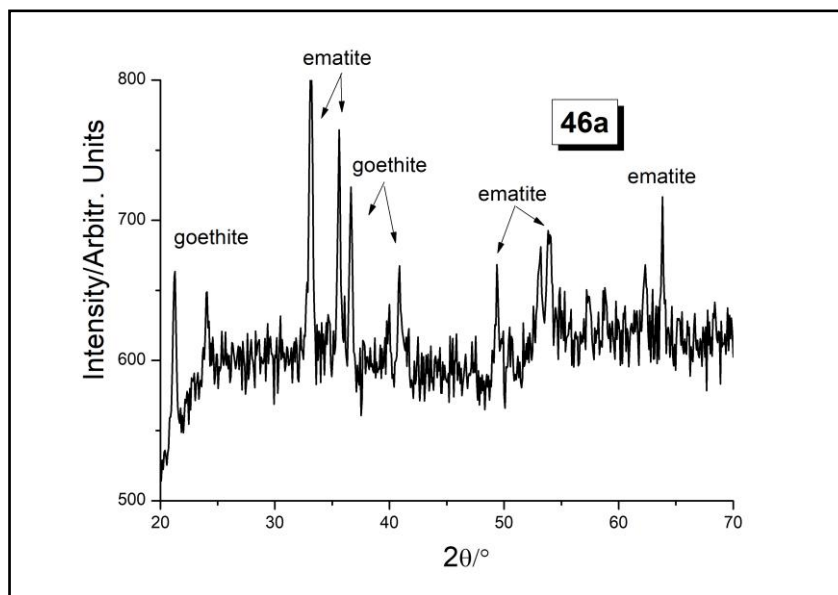


Fig. 3 Spettro XRD del campione 46a

È interessante notare che si tratta di un frammento con alte percentuali di ferro (sempre legato all'ossigeno), ma senza tracce di fusione. Tale osservazione induce a ritenere che si tratta del risultato di un processo antico; infatti, la temperatura di fusione del ferro (1538°C) non era raggiungibile negli antichi forni ed i primi processi estrattivi per l'ottenimento del ferro metallico avvenivano senza arrivare a fusione del Fe ma tramite una reazione allo stato solido tra il minerale, preventivamente frantumato, il carbone e l'atmosfera.

In seguito, vengono adottate procedure che prevedono un doppio passaggio con formazione prima di ghisa e poi di ferro per forgiatura; questi processi vengono classificati tra i metodi indiretti.

CAMPIONE N. 46b TAch

Provenienza: Taza Miniera di Chikere–Pozzo moderno

La scoria (Fig. 1 A e B), che è stata prelevata presso Taza Miniera di Chikere nei pressi del pozzo moderno, ha un aspetto compatto ed è priva di porosità. Presenta un lato (A) di colore rosso–marrone con cristalli bianchi di piccole dimensioni e aspetto leggermente pulverulento, l'altro lato (B) presenta un colore dal rosso al giallo e assenza di cristalli. La scoria presenta segni di degrado su entrambi i lati.

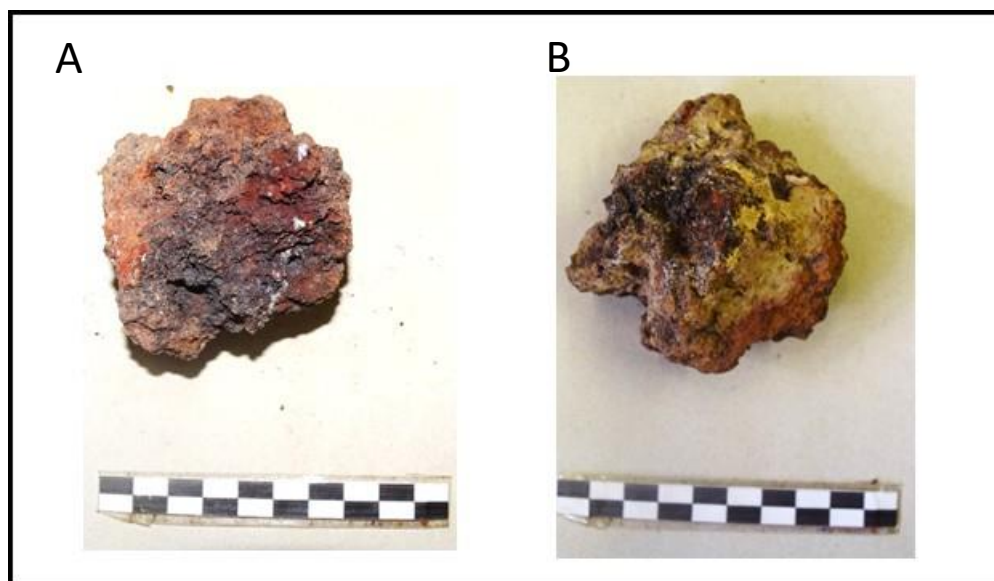


Fig.1 Scoria da Taza Miniera di Chikere denominata campione 46b

La scoria è stata sottoposta a indagine SEM-EDS in varie parti e ha mostrato sempre morfologia e spettri EDS simili; un esempio è riportato in Fig. 2.

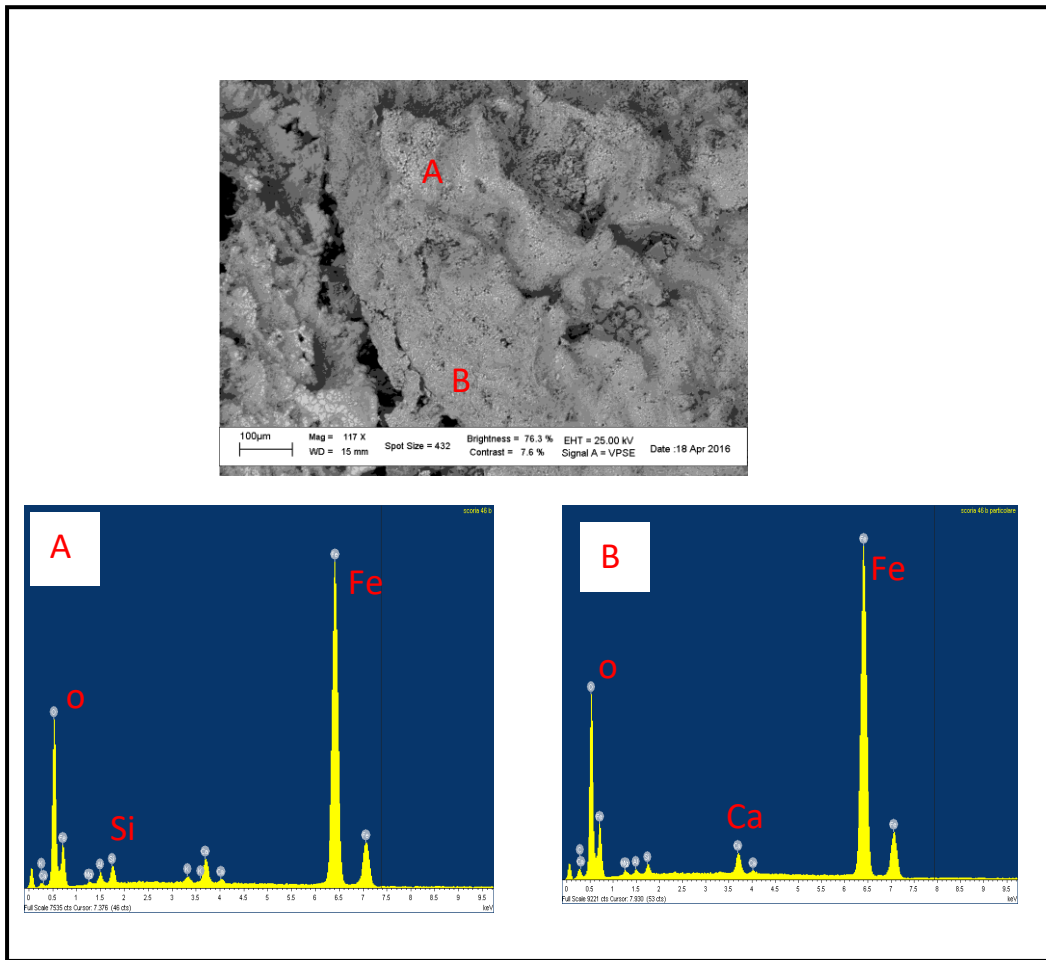


Fig. 2. Immagine SEM in elettroni retrodiffusi con indicate le aree sottoposte ad analisi EDS

I valori della composizione quantitativa del campione, riportati in Tab. I, non apportano elementi significativi all'interpretazione della scoria, ma sono significativi se messi a confronto con quelli dell'analisi XRD, Fig3.

TAB. I Percentuale in peso (wt% \pm 0.2) degli elementi riscontrati con l'analisi EDS

	C	O	Mg	Al	Si	K	Ca	Fe
A	2.1	41.3	0.3	2.2	2.9	0.6	0.2	50.0
B	6.4	38.4	0.7	0.5	0.8	-	1.3	51.6

Gli elementi principali in entrambe i punti analizzati sono l'ossigeno e il ferro. Nel punto A sono presenti come elementi minoritari alluminio e silicio; mentre nel punto B sono stati anche rilevati come elementi minoritari il carbonio e il calcio.

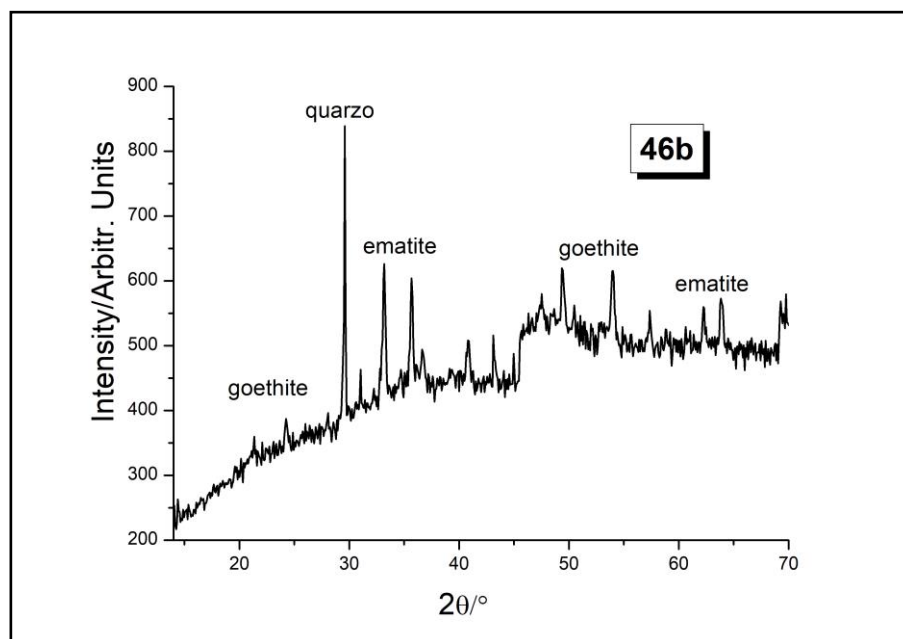


Fig. 3 spettro XRD del campione 46b

L'analisi XRD ha consentito di identificare la presenza nel campione di ematite, goethite e quarzo.

CAMPIONE N. 46c Tach

Provenienza: Taza Miniera di Chikere – Pozzo moderno

La scoria (Fig. 1) è stata rinvenuta a Taza Miniera di Chikere presso il pozzo moderno; ha un aspetto compatto ed è priva di porosità. Il colore è marrone e non presenta alterazione.



Fig. 1. Scoria da Taza Miniera di Chikere denominata campione 46c

La scoria presenta molte aree con differente morfologia, si riportano in dettaglio solo le analisi sulle aree la cui composizione è rappresentativa di una fase mineralogica (Fig. 2, 3 e 4).

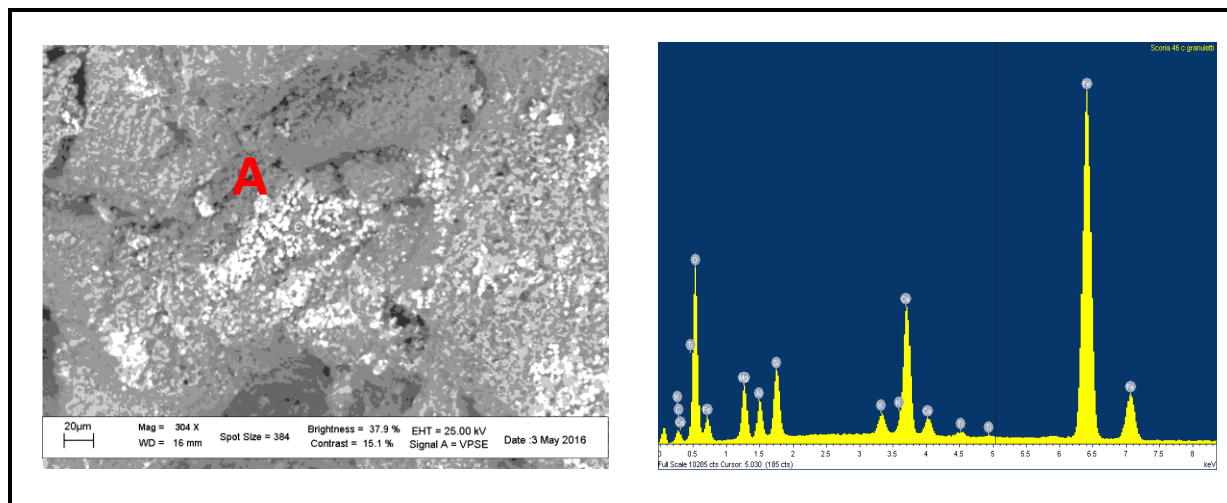


Fig. 2. Immagine SEM in elettroni retrodiffusi con indicate l'area A sottoposta ad analisi EDS

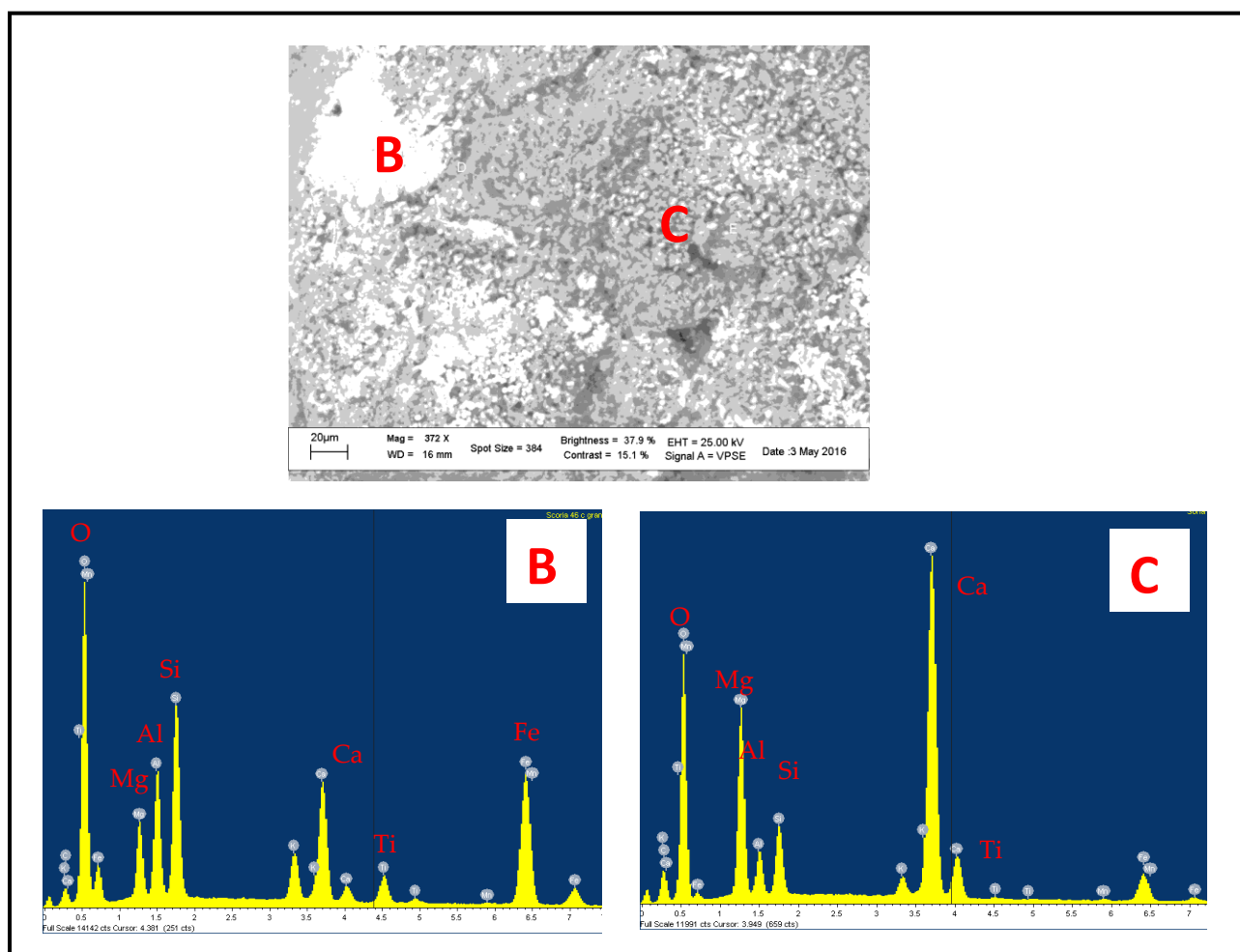


Fig. 3. Immagine SEM in elettroni retrodiffusi con indicate le aree B e C sottoposte ad analisi EDS

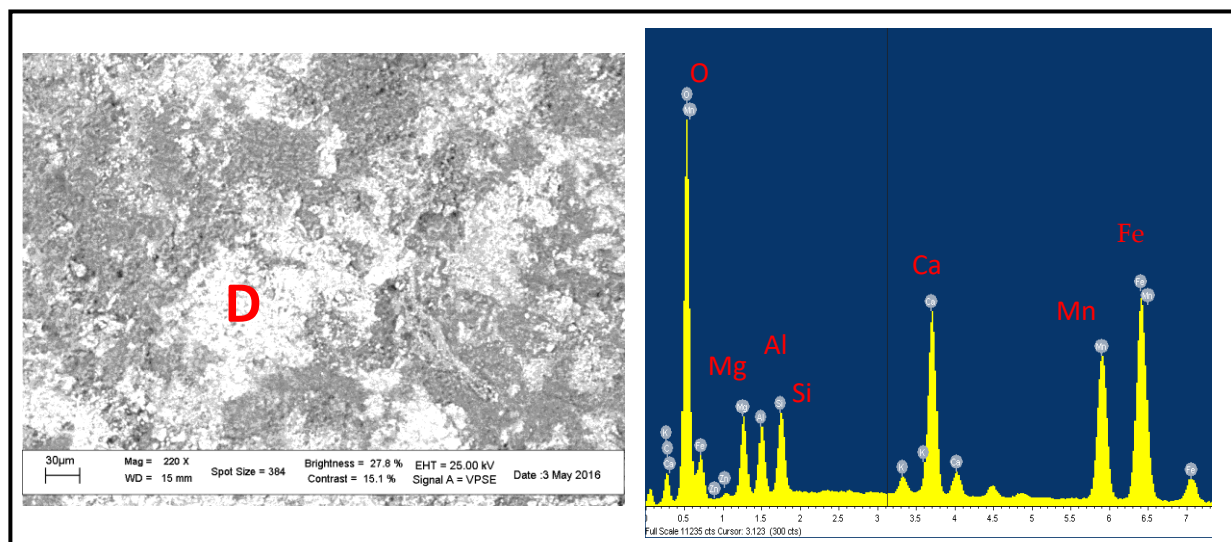


Fig. 4. Immagine SEM in elettroni retrodiffusi con indicate l'area D con analisi EDS

Nella Tab. I sono riassunti i valori semiquantitativi delle abbondanze degli elementi che compongono le aree sottoposte ad analisi EDS.

TAB. I Percentuale in peso (wt% \pm 0.2) degli elementi riscontrati con l'analisi EDS nelle aree indicate nelle immagini SEM

	C	O	Mg	Al	Si	K	Ca	Ti	Mn	Fe
Punto A	3.7	37.9	5.3	2.7	4.0	1.0	6.4	0.3	-	38.8
Punto B	5.7	56.3	4.5	5.7	7.9	1.8	4.7	1.5	0.1	11.8
Punto C	10.0	58.4	10.0	2.1	2.7	0.7	13.4	0.2	0.2	2.5
Punto D	9.5	50.3	4.3	2.8	2.8	0.5	5.7	-	9.4	14.2

In tutti i punti è stata riscontrata la presenza dei seguenti elementi: calcio, con percentuali in peso comprese tra 4.7 e 13.4, carbonio, con percentuali in peso comprese tra 3.7 e 10.0, magnesio, con percentuali in peso comprese tra 4.3 e 10.0, alluminio, con percentuali in peso comprese tra 2.1 e 5.7, e silicio, con percentuali in

peso comprese tra 2.7 e 7.9. È inoltre presente il ferro, maggiormente nei punti A, B e D; in quest'ultimo punto, in particolare, è presente anche il 9.4% in peso di manganese. Il titanio è stato rilevato con percentuali in peso comprese tra 0.2 e 1.5 nei punti A, B e C.

Gli elementi riscontrati fanno ipotizzare la presenza di carbonati (la cui presenza è stata confermata dalle analisi XRD, il cui spettro è riportato in Fig. 5).

Si tratta quindi di un frammento di materiale lapideo prelevato da un pozzo moderno presso la miniera di Chikere., identificato come dolomite ($\text{Ca Mg} (\text{CO}_3)_2$).

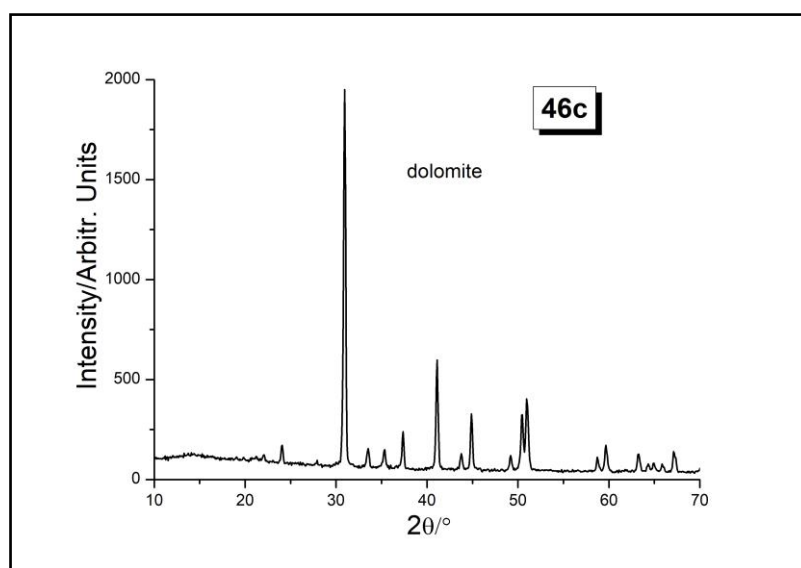


Fig. 5 spettro XRD del campione 46c

CAMPIONE N. 42 c TA

Provenienza: Taza Miniera di Ain Al Awda-cumuli di scorie e detriti

La scoria aspetto di compatto senza porosità di colore è nero-rossastro Fig.1. Presenta degrado sulla superficie esterna è stata selezionata per la presenza abbondante negli strati più antichi della miniera nell'area di Taza – Ain Al Awda.



Fig.1 Scoria proveniente da Taza – Ain Al Awda denominata campione 42cTA

La complessità della morfologia e la presenza di differenti forme morfologiche hanno indotto la scelta della strumentazione SEM-EDS per poter indagare su parti strutturalmente differenti con evidenza di diverse colorazioni, indicative della presenza di differenti composti mineralogici.

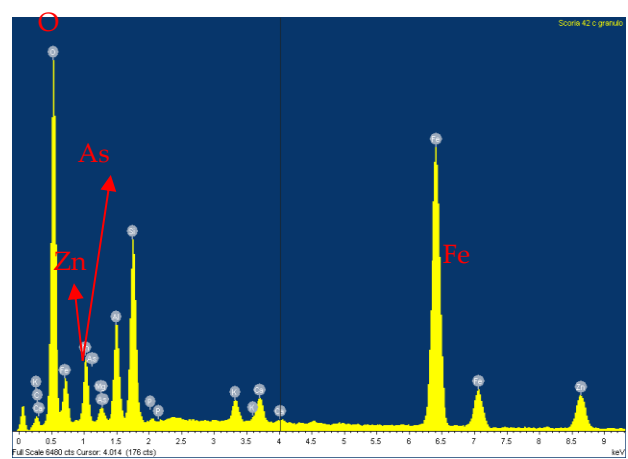
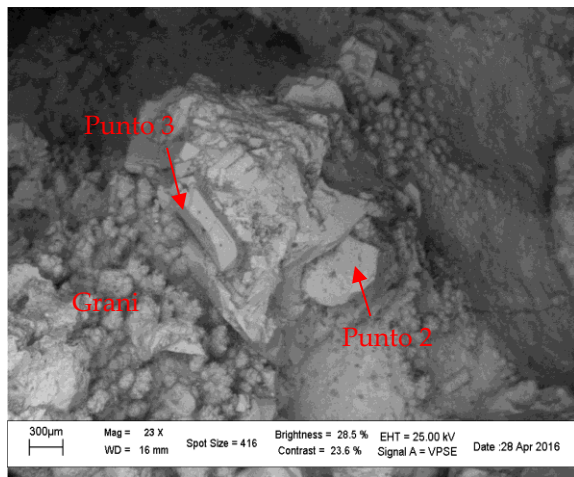
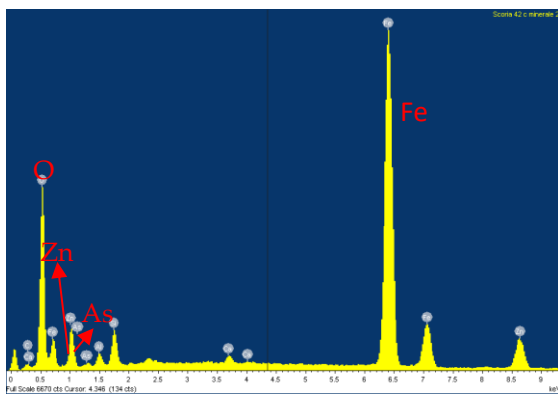
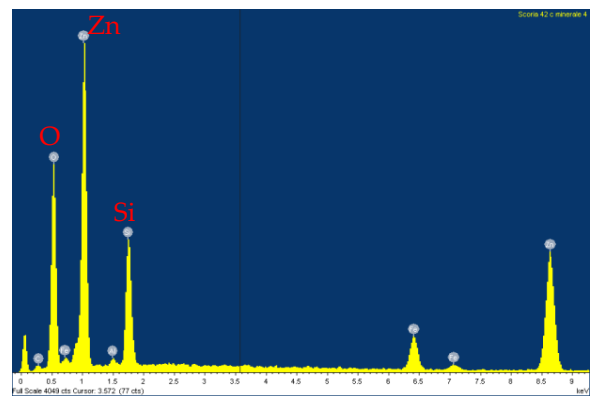


Immagine SEM di una zona della scoria con indicate le microaree analizzate in EDS con i rispettivi spettri in energia.

Spettro EDS dell'area con morfologia a grani



Spettro EDS nel Punto 2



Spettro EDS nel Punto 3

Fig.2: Un'area della scoria con presenza di differenti morfologie e strutture.

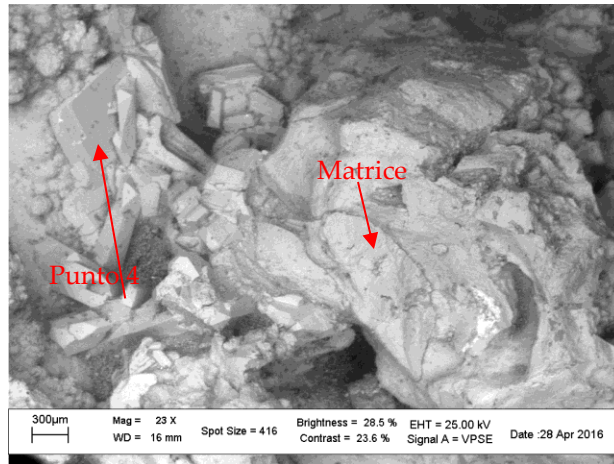
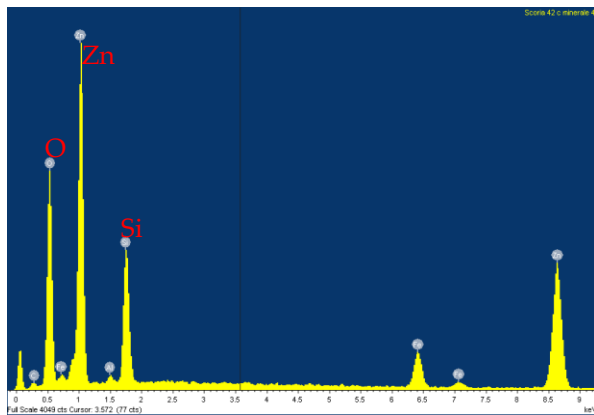
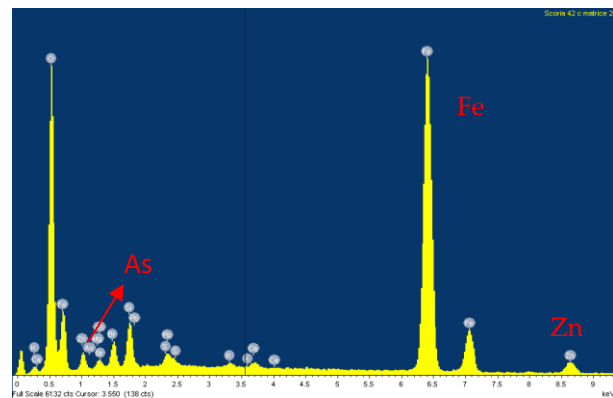


Immagine SEM in una zona della scoria con formazioni macro cristalline



Spettro EDS nel Punto 4



Spettro EDS dell'area indicata come Matrice

Fig.3 Presenza di formazioni cristalline cubiche e prismatiche nell'immagine SEM con i relativi spettri EDS.

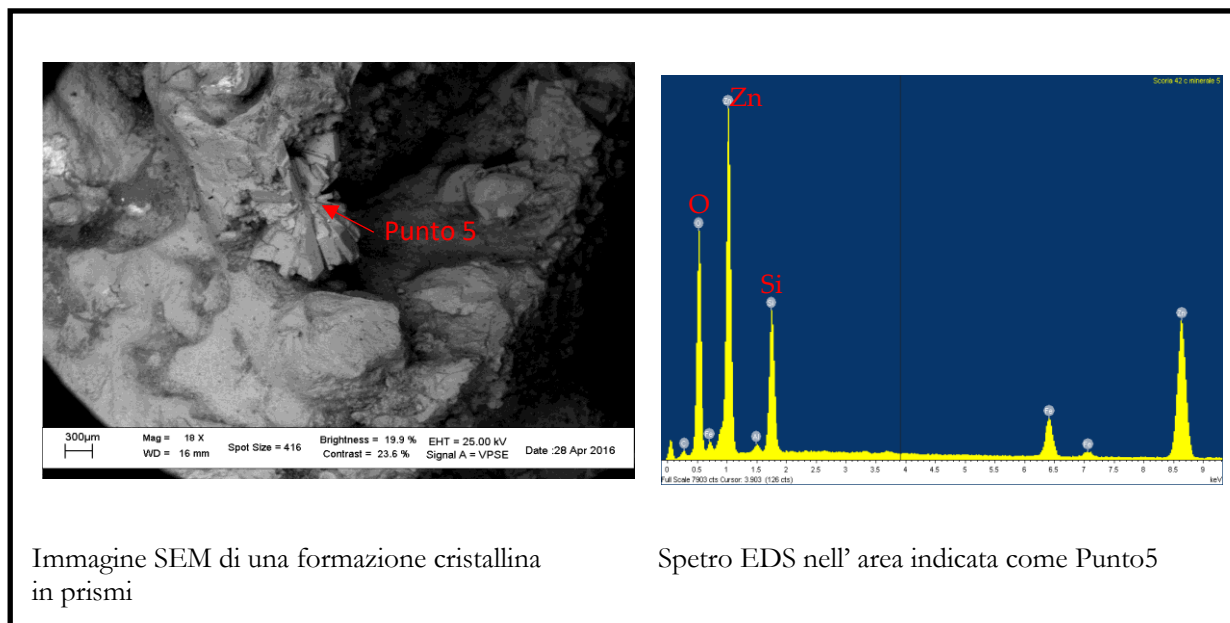


Fig.4 Macro formazione di cristalli con crescita radiale.

L'analisi semi quantitativa degli elementi rilevati in EDS è riassunta nella Tabella I, dove i valori sono espressi in percentuale in peso (Wt%) con un errore stimato di + 0.2.

TAB.I Valori in percentuale degli elementi rilevati nelle aree analizzate.

	C	O	Mg	Al	Si	K	Ca	Fe	Zn	As
Grani	4.0	48.5	1.0	5.0	8.2	0.8	0.9	24.1	6.4	0.5
Punto 2	3.5	35.0	-	1.3	3.0	-	0.4	46.3	9.2	1.0
Punto 3	4.0	45.0	0.6	1.4	10.6	0.2	0.2	4.0	33.6	-
Punto 4	4.5	46.0	-	0.6	10.5	-	-	4.3	33.8	-
Matrice	-	46.8	1.0	-	3.6	0.1	0.3	42.0	3.2	0.7
Punto 5	5.0	45.2	-	0.6	10.0	-	-	4.3	34.6	-

In tutti i punti analizzati è presente lo zinco con percentuali in peso comprese tra il 3 e il 30%. È presente, come elemento in traccia, l'arsenico riscontrato nel punto 2, nella matrice e nella zona granulare; questi ultimi punti sono anche caratterizzati dalla presenza di ferro tra gli elementi principali. I punti 3, 4 e 5 sono caratterizzati da percentuali in peso di silicio comprese tra 10.0 e 10.6.

È rilevante notare come gli spettri relativi alle formazioni prismatiche mostrino, oltre la presenza del quarzo, quella dello zinco con un'alta percentuale in peso tra il 3 e il 30% in peso. La matrice è caratterizzata dalla presenza di ferro e di arsenico, quest'ultimo in quantità intorno al limite di detenzione dello strumento 0.2%.

I dati dell'EDS sono ovviamente relativi agli elementi chimici e non alla forma mineralogica, si è resa perciò necessaria l'applicazione dall'analisi XRD sulla stessa scoria, Fig.4. I diffrattogrammi rilevano la presenza di ematite e goethite che riportano all'identificazione del campione come scoria d'estrazione antica del ferro.

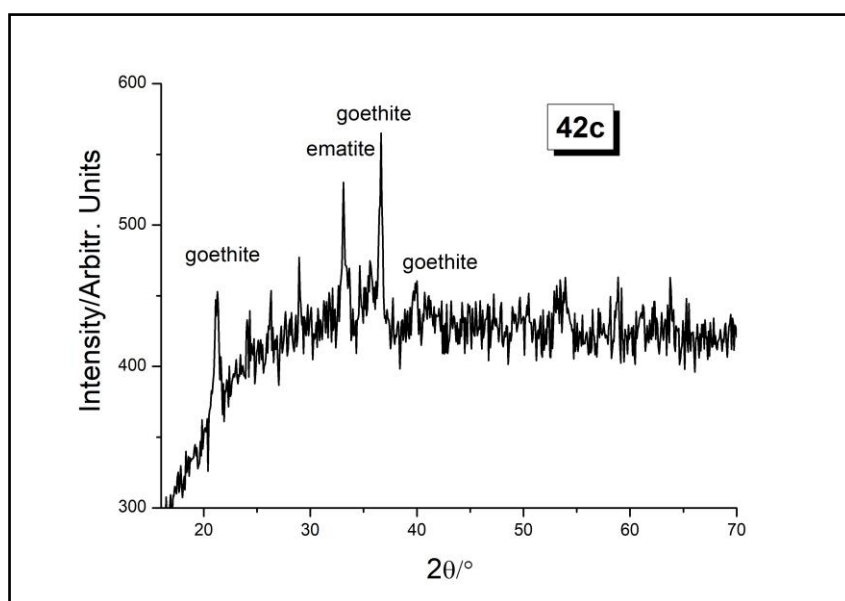


Fig4 Spettro XRD del campione 42c

La goethite (anche limonite), di formula $\text{FeO}\cdot\text{OH}$, è un prodotto di alterazione dei minerali ferrosi¹.

Data la presenza di minerali di ferro, rilevati tramite l'analisi XRD e in base all'alta percentuale in peso dello zinco, evidenziata con l'analisi EDS, si potrebbe ipotizzare un riutilizzo della scoria in epoca moderna per estrarre lo zinco, metallo non conosciuto nel periodo antico all'interno dell'area geografica considerata.

¹ W.A. Derr, R. S. Howie, J. Zussman, An introduction to rock-forming minerals, PLE England 1966.

1.2 LE MINIERE DI GALENA: AOUAM

Come descritto nella parte archeologica, il sito archeo-metallurgico di Aouam è molto complesso e il materiale scoriaceo di diversa tipologia si trova sia sparso nella area del sito sia ammassato in grandi cumuli, nella cosiddetta collina delle scorie.

La campionatura si è orientata alla selezione di reperti significativi delle tre zone principali: il filone del Signal (SIGNAL e TI-Signal); la zona della fortezza (AU-IO-TI) e la collina delle scorie (COLSCO).

I campionamenti dei materiali sono stati effettuati in base alla presenza di particolari significativi: alterazioni cromatiche, presenza di nuclei metallici, stratificazioni vetrose, aspetto morfologico (spugnoso, vetroso, compatto). Tutte le scorie campione sono state prelevate dai primi strati superficiali del terreno, tranne quelli provenienti dalla stratigrafia dei saggi condotti nella fortezza di Aouam (numerati con la sigla US).

NCA MPIO NE	SITO	SIGLA	UBICAZIONE	DESCRIZIONE	DATA CAMPIONAMEN TO o BIBLIOGRAFIA DI RIFERIMENTO	USI EFFETTUATE SEM-EDS
1	Miniera di Aouam	1 AU scoria 1 (ABC)	Aouam	1 Frammento di scoria di colore nero ed aspetto compatto	2013	
2	Miniera di Aouam	2 AU Scoria E	Aouam	2 Framm. di scorie di colore nero-grigio ed aspetto compatto	2013	
5	Miniera di Aouam	5 AU Scoria strana	Aouam	1 Frammento di scoria di colore marrone-aranciato ed aspetto compatto con silture bianche probabilmente quarzo.	2013	
13	Miniera di Aouam	13 AU S2 Scoria B	Aouam	2 Frammenti di scoria di colore grigio-nera ed aspetto compatto	2013	
55	Miniera di Aouam	55 AU	Aouam	1 Frammento di base della fossa di fusione di colore nero-rossiccio ed aspetto spumoso-spiugnoso.	Settembre 2015	X (SEM-EDS)
56	Miniera di Aouam	56 AU	Aouam	fossa di fusione	Settembre 2015	X (SEM-EDS)
22	Miniera di Aouam	22 COLSCO	Collina delle scorie	1 Frammento di parete di forno da un lato, dall'altro presenza di scoria di colore nero	06/09/2014	
19	Miniera di Aouam	19 COLSCO	Collina di scorie	1 Framm. scoria: Frammento scoria di forgia di colore nero-marrone con punti aranciati ed aspetto compatto.	06/09/2014	X (SEM-EDS)
23	Miniera di Aouam	23 COLSCO	Collina di scorie	1 Frammento di parete di forno da un lato con aspetto compatto-sitilificato, dall'altro presenza di scoria di colore nero	2014	
24	Miniera di Aouam	24 COLSCO (24A,24B,24C,24D)	Collina di scorie	1 Impromta: Scoria di colore nero ed aspetto fluido-compatto; 2 anelli di forno più scoria di colore nero-marrone ed aspetto compatto. Presenza di impromte	06/09/2014	SEM-EDS [FAITE B, C E D]
26	Miniera di Aouam	26 COLSCO	Collina di scorie	1 Scoria di colore grigio ed aspetto compatto	10/09/2014	X (SEM-EDS)
34	Miniera di Aouam	34 COLSCO-S17	Collina di scorie	1 Scoria di colore grigio ed aspetto compatto	06/09/2014	X (SEM-EDS)
29	Miniera di Aouam	29 COLSCO	Collina di scorie, GPS Formi e scorie	2 blocchi	16/09/2014	
27	Miniera di Aouam	27 IO S2	Ighram Aousser		25/09/2014	
9	Miniera di Aouam	9 IO	Ighram Aousser	1 Frammento di scoria di colore nero-grigio ed aspetto compatto	2013	
10	Miniera di Aouam	10 IO	Ighram Aousser	1 Frammento di scoria di colore nero-grigio ed aspetto fluido-compatto	22/11/13	
11	Miniera di Aouam	11 IO S1	Ighram Aousser	2 Frammenti di scoria di colore nero-marrone con punti rossicci ed aspetto compatto	2012	
15	Miniera di Aouam	15 IO Ya	Ighram Aousser	1 Framm. Scoria di colore grigio-nera ed aspetto spumoso-compatto	2013	
16	Miniera di Aouam	16 IO Xb	Ighram Aousser	1 Framm. Scoria di colore grigio ed aspetto compatto	2013	
3	Miniera di Aouam	3 IO	Ighram Aousser (Aouam) scoria da prospezione generale	1 Framm. scoria da prospezione generale. Scoria scassa a filone di quarzo di colore nero-marrone ed aspetto compatto.	22/11/13	
8	Miniera di Aouam	8 IO	Ighram Aousser Altopiano S-E	1 Frammento di scoria di colore marrone-aranciato ed aspetto compatto	2013	
12	Miniera di Aouam	12 IO	Ighram Aousser Altopiano S-E	1 Framm. Scoria di colore nero-marrone con punti rossicci ed aspetto compatto	2013	
4	Miniera di Aouam	4 AU Scoria A	Jebel Aouam	5 Framm. di scoria di colore nero e aspetto vetroso	2013	
14	Miniera di Aouam	14 AU Scoria C	Jebel Aouam	5 Frammenti di scoria di colore nero ed aspetto vetroso	2013	
6	Miniera di Aouam	6 AU	Miniera Aouam	1 Frammento di scoria di colore nero-grigio ed aspetto compatto	2013	
7	Miniera di Aouam	7 AU	Miniera Aouam	1 Frammento di scoria di colore nero-grigio ed aspetto vetroso	2013	
17	Miniera di Aouam	17 AU Scoria D	Miniera Aouam	1 Scoria di colore grigio con punti rossicci ed aspetto compatto	2013	
18	Miniera di Aouam	18 AU (8A, 8B)	Miniera Aouam	1 Scoria di colore nero-grigio ed aspetto compatto; 1 Scoria di colore nero-marrone ed aspetto compatto.	2013	
31	Miniera di Aouam	31 AU US2, GD/R, sopra USMA01	Miniera di Aouam	3 Framm. scorie carboniose	24/09/2014	X (SEM-EDS)
47	Miniera di Aouam	47 AU US-208 (47A, 47B)	Miniera di Aouam	2 piccoli frammi. carbone: 1 gancio	Settembre 2015	
49	Miniera di Aouam	49 AU US-207 (49A, 49B)	Miniera di Aouam	1 Scoria di colore nera con punti aranciati e riflessi blu; aspetto compatto e presenza di cristalli; Scoria di colore nero-grigio ed aspetto spumoso. Presenta filamenti.	Settembre 2015	
50	Miniera di Aouam	50 AU US-208	Miniera di Aouam	1 chiodo	Settembre 2015	
51	Miniera di Aouam	51 AU US-211 (51A, 51B, 51C)	Miniera di Aouam	1 Scoria di colore nero-grigio ed aspetto spumoso. Presenta filamenti; trita di chiodo in Fe; luma di ferro.	Settembre 2015	
52	Miniera di Aouam	52 AU US-212 (52A, 52B, 52C, 52D, 52E, 52F)	Miniera di Aouam	7 Framm. scorie; chiodo, 4 Stel, 5 teste di chiodi e una grappa in ferro.	Settembre 2015	SEM-EDS [FATTA SOLO 52 C]
53	Miniera di Aouam	53 AU US-F213	Miniera di Aouam	2 Parti di scoria di colore grigio-giallo ed aspetto spumoso-compatto con presenza di cristalli	Settembre 2015	X (SEM-EDS)
54	Miniera di Aouam	54 AU US-214	Miniera di Aouam	1 chiodo	Settembre 2015	
48	Miniera di Aouam	48 AU US-203	Miniera di Aouam	1 chiodo	Settembre 2015	X (SEM-EDS)
32	Miniera di Aouam	32 AU	Miniera di Aouam (staccato con piede)	1 Hr. Scoria di rame, con azzurrite e malachite	2012	
20	Miniera di Aouam	20 SIGN	Pozzo al Signal, vicino necropoli, sotto Jebel Aouam	1 Framm. scoria spugnosa scassa a filone di quarzo	20/09/2014	X (SEM-EDS)
35	Miniera di Aouam	35 SIGN	Pozzo al Signal, vicino necropoli, sotto Jebel Aouam	1 Framm. dollolo di ceramica	20/09/2014	
33	Miniera di Aouam	33 TI SIG-14, selezione (33A, 33B)	Tigiza	1 Scoria di colore nero-marrone ed aspetto compatto, 3 Frammenti di scoria di colore nero ed aspetto vetroso.	04/09/2014	X (SEM-EDS)
30	Miniera di Aouam	30 TI SIG-12	Tigiza,	1 scoria Scoria da fusione ferrosa di colore nero-marrone ed aspetto compatto	04/09/2014	X (SEM-EDS)
28	Miniera di Aouam	28 TI SIG-10 (a,b,c)	Tigiza,	2 Frammenti di scorie e 1 Frammento di roccia con scoria.	04/09/2014	SEM-EDS [FAITE 28 B E 28 C]
21	Miniera di Aouam	21 TI (21A;21B;21C;21D;21E;21F)	Tigiza, Signal, selezione	1 Scoria ed aspetto vetroso; 1 Scoria tipo breccia di colore nero-grigio ed aspetto compatto; 1 Scoria di colore nero ed aspetto compatto; 1 Scoria di colore grigio ed aspetto compatto.	04/09/2014	SEM-EDS [FAITE 21 B E 21 E]
25	Miniera di Aouam	25 AU	Zona grantito di Mitspichel, vicino Filone Nord Jebel Aouam	Campionatura di frammenti parete di forno di colore aranciato	18/09/2014	

Tab. 1: Elenco dei campioni prelevati ed analizzati nell'area di Aouam.

CAMPIONE N. 20 SIGNAL

Provenienza: Miniera di Aouam-Filone del Signal

Si tratta di un frammento di roccia (Fig. 1) adesa a un filone di quarzo che è stato trovato nell'area del Pozzo al Signal. Il campione di roccia è stato prelevato per determinare il suo contenuto in metalli.



Fig. 1. Frammento di roccia denominato campione 20

Il frammento è stato analizzato mediante tecnica EDS in ambiente SEM, su tre macroaree allo scopo di verificare l'abbondanza in metalli nella roccia quarzifera.

I dati sono raccolti nella Tabella I.

Tab. I Valori quantitativi di abbondanza degli elementi rilevati nell'analisi EDS in tre differenti aree del campione 20 (wt% \pm 0.2)

Spettri	Mg	Al	Si	P	K	Zn	Fe	Mn	Pb	O
1	-	-	7.8	3.8	-	-	0.4	0.8	49.7	36.0
2		3.6	6.0	3.5	0.3		1.5	1.7	45.6	38.6
3	0.4	4.0	8.	-	0.5	2.8	2.8	25.2	15.2	39.3

In ogni area analizzata è presente una quantità rilevante di piombo e solo nell'area 3 si osserva la presenza di manganese e di una minore percentuale di zinco. Il ferro è decisamente minoritario, mentre l'abbondanza del manganese varia da zona a zona fino a raggiungere un valore del 25.2% nell'area 3. Questa anomalia composizionale indicherebbe la presenza nel campione di minerali di diversa natura riferibili presumibilmente a cerussite (PbCO_3), vista la totale assenza dello zolfo, e a ossidi di manganese (forse pirolusite MnO_2) che in genere sono associati ai minerali del ferro quale l'ematite.

CAMPIONE N. 20bis

Provenienza: Miniera di Aouam-Filone del Signal

Dal Pozzo al Signal proviene la scoria di colore nero grigiastro con aree biancastre, assieme al frammento di roccia (Campione 20) Fig. 1. Presenta dimensioni ridotte, intorno ai 10cm, e rappresenta una delle tantissime scorie simili disseminate nell'area.



Fig. 1 scoria dal sito del Signal denominata campione 20 bis

Analisi EDS sono state effettuate su microaree omogene per colore e consistenza, in Tab. I sono riportati i valori degli elementi presenti oltre il piombo che è l'elemento più abbondante. I valori quantitativi sono stati convertiti in ossidi con elaborazioni stechiometriche.

Alcuni elementi quali l'arsenico e lo zinco sono stati imposti al sistema per rilevarne la loro eventuale presenza come elementi in traccia. I valori che hanno segno negativo indicano la completa assenza oltre il rumore di fondo.

Tab. I Percentuali in ossidi, calcolate dai valori quantitativi degli elementi (wt% \pm 0.2)

Campioni	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	VO ₂	MnO ₂	Fe ₂ O ₃	CuO	ZnO	As ₂ O ₃	BaO
20-1			21.0	10.9		0.6	1.4	0.7			2.1	
20-2			11.5	15.2			0.4	1.1			-1.8	
20-3		2.4	93.6				0.4	1.5			0.3	
20-4			35.7	7.9			0.5	0.7			-1.3	
20-5		8.3	16.7	10.5	0.5		2.8	2.5				
20-6	0.8	9.1	21.2		0.5		38.4	4.3	0.5	3.9		2.1

Si tratta di un minerale di piombo, con elementi in traccia come l'arsenico e lo zinco. Dalla assenza dello zolfo e di altri elementi volatili a temperature non elevate, si può definire la scoria come resto di un processo di *roasting* di un minerale metallifero. Tali risultati analitici sono importanti per permettere futuri confronti con minerali omologhi di altre aree.

CAMPIONE N. 21B SIGNAL

Provenienza: Miniera di Aouam-Filone del Signal

La scoria proviene dal Signal e presenta una morfologia varia con parti compatte miste a zone cristalline; le diverse colorazioni vanno dal grigio al nero con delle piccole parti blu (Fig. 1).

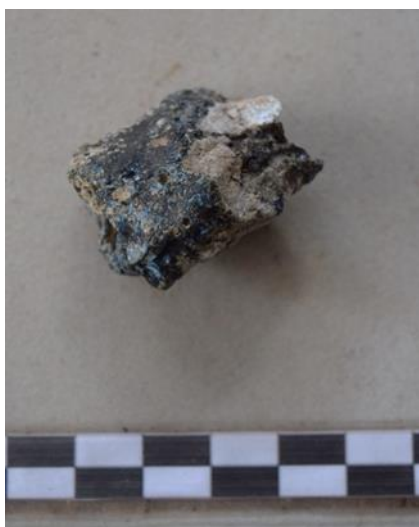


Fig. 1. Scoria dal Signal denominata campione 21B

L'osservazione tramite microscopia elettronica (Fig. 2), effettuata nella parte interna della scoria evidenzia la presenza di cristalli prismatici con dimensioni omogenee di colore grigio chiaro, nella zona B del campione si individuano formazioni sferiche con gradazione chiara, riconducibili a particelle metalliche. In Fig. 2 sono anche riportati gli spettri EDS relativi alle aree contrassegnate.

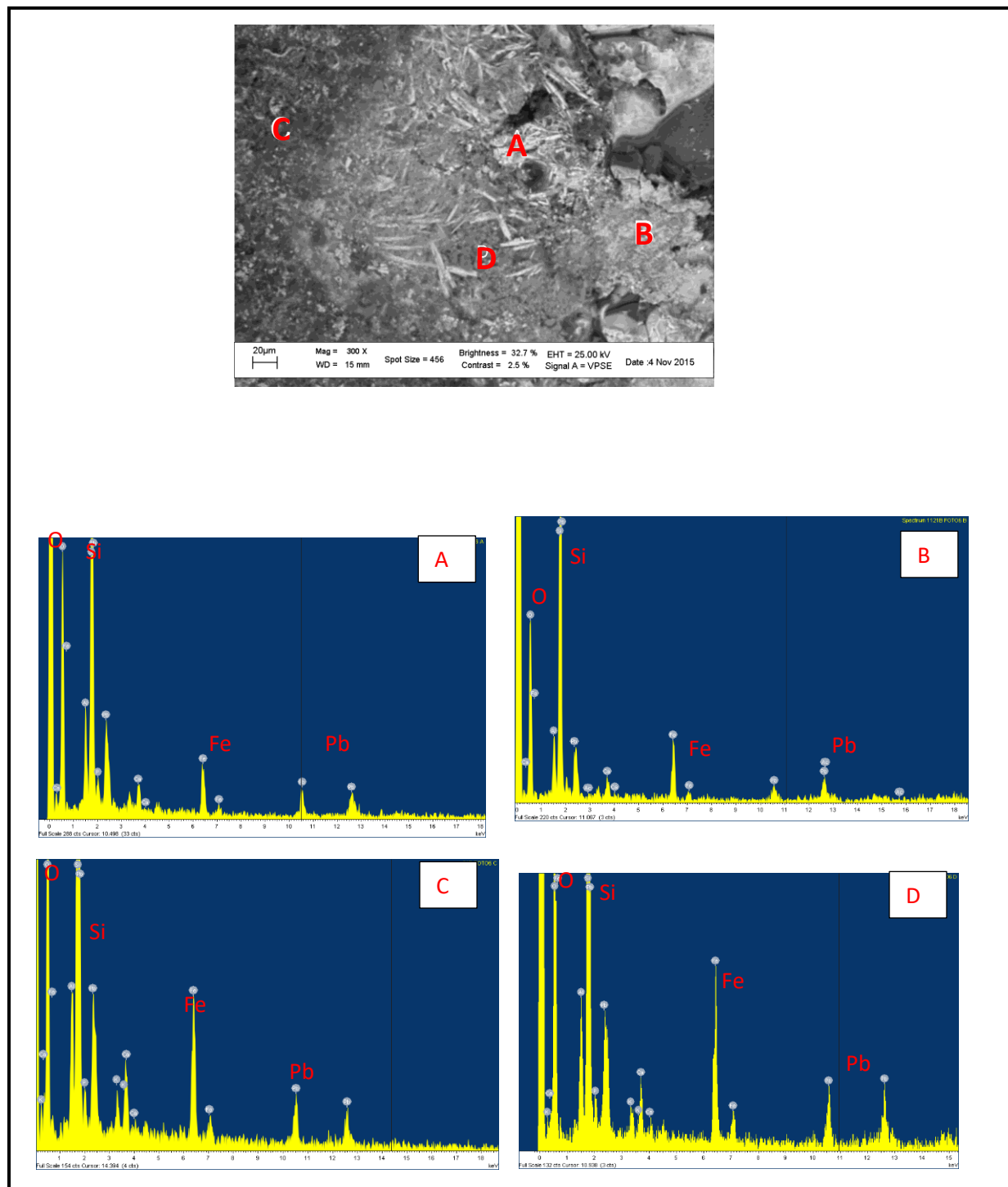


Fig. 2. Immagine SEM con indicate le aree di differente morfologia ed analisi EDS con i relativi spettri in energia.

I dati della composizione in elementi sono stati elaborati in dati quantitativi in peso (wt% \pm 0.2) e sono riportati in Tabella I.

Tab. I Percentuali in ossidi, calcolate dai valori quantitativi degli elementi rilevati in EDS

	O	Mg	Al	Si	P	K	Ca	Fe	Mn	Pb
A	52.0	-	3.8	25.4	1.5	-	1.4	5.0	-	11.0
B	51.7	-	4.9	24.1	-	-	1.3	8.8	-	9.8
C	51.5	-	2.9	27.0	1.4	1.0	1.5	6.7	-	8.0
D	50.6	-	3.5	23.9	1.0	1.0	1.4	9.5	-	9.0

Dall'esame della tabella, oltre alla presenza di metalli come piombo e ferro, è interessante notare la costanza delle proporzioni tra l'abbondanza del calcio e quella del fosforo che si trovano sempre in un rapporto Ca/P intorno al 1,5 che è specifico dell'idrossiapatite, ovvero della componente principale del tessuto osseo. Anche il silicio presenta sempre un valore quantitativo simile nelle tre aree analizzate, ma la possibilità di metterlo in relazione stechiometrica con l'ossigeno (al fine di valutare la presenza del quarzo) è impossibile vista la presenza di tale elemento anche in forma di silicati.

CAMPIONE N. 28A TI-SIG

Provenienza: Miniera di Aouam-Filone del Signal

Dal filone del Signal proviene il frammento di scoria rappresentato in Fig.1. All'esame macroscopico si rivela compatto e con colorazione in parte marrone ed in parte nera.

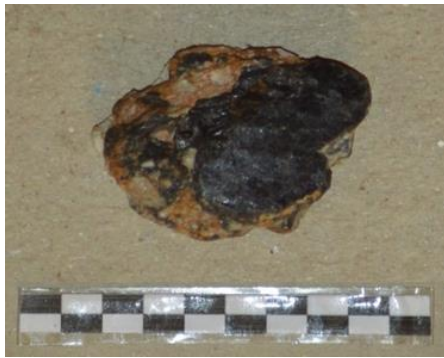


Fig.1 Scoria denominata campione 28

Particolari morfologici sono stati analizzati al SEM-EDS (Fig. 2, 3).

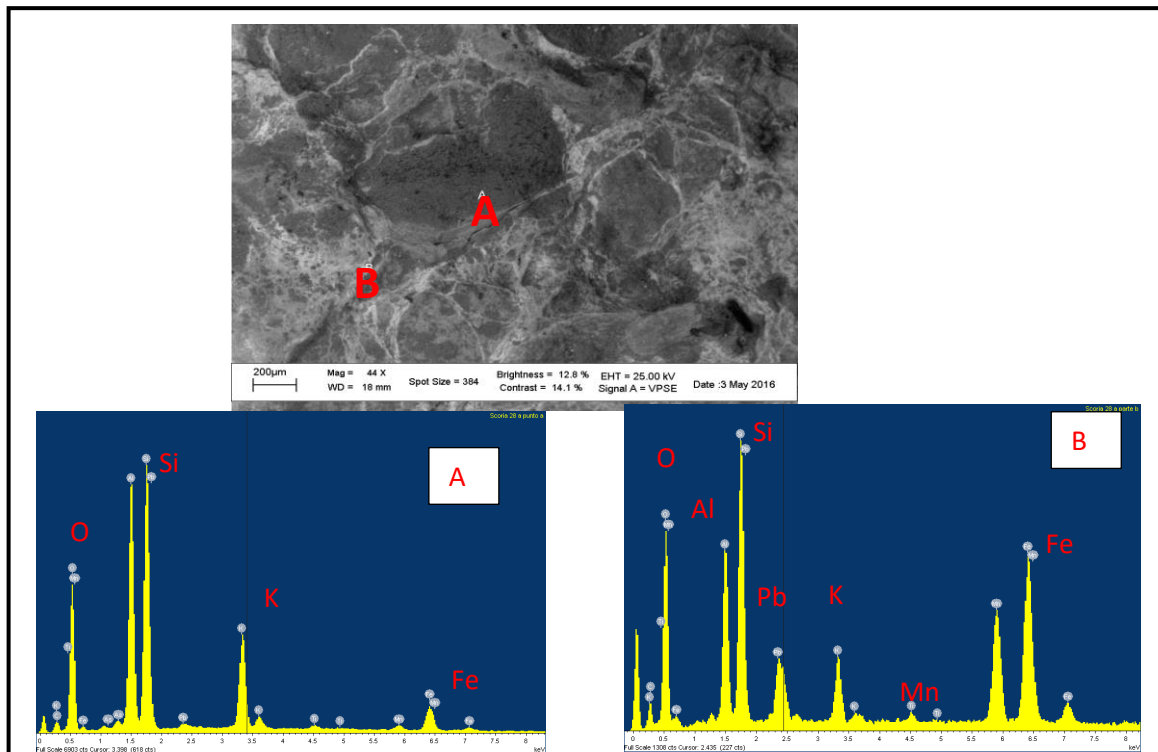


Fig. 2. Morfologia evidenziata nell'immagine SEM con i riferimenti delle aree oggetto di analisi EDS

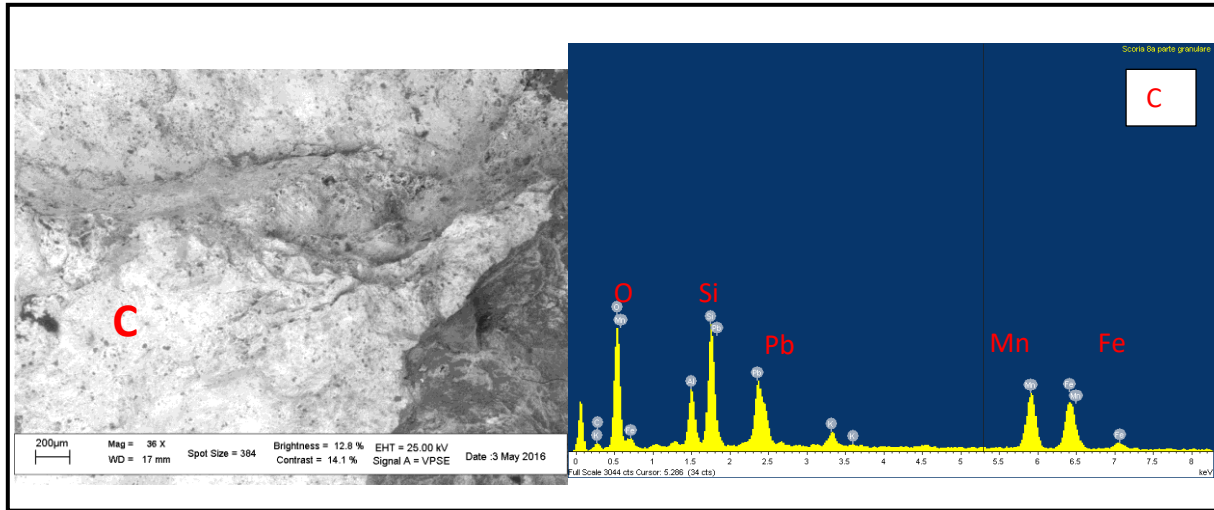


Fig. 3. Immagine SEM di una area spugnosa e relativo spettro EDS.

I dati quantitativi degli elementi individuati con l'analisi EDS sono riportati in Tab. 1.

Tab. 1 Elaborazione quantitativa dei dati rilevati in EDS (wt% \pm 0.2)

	C	Mg	Al	Si	Mn	K	Ti	Fe	Zn	Pb	O
A	8.6	-	13.6	16.8	0.6	6.1	0.3	3.4	-	0.7	49.7
B	13.4	-	6.9	10.8	8.6	2.5	0.4	13.3	-	6.1	37.8
C	4.4	-	5.4	10.8	10.2	1.3	-	9.0	-	14.5	44.2

Le analisi mostrano presenza di elementi quali piombo, ferro e manganese in quantità variabili e mai prevalenti; fa eccezione l'area C nella quale si nota la prevalenza del piombo, così come nello spettro B è predominante il ferro. L'analisi XRD, Fig.4 specifica i composti metallurgici presenti nella scoria.

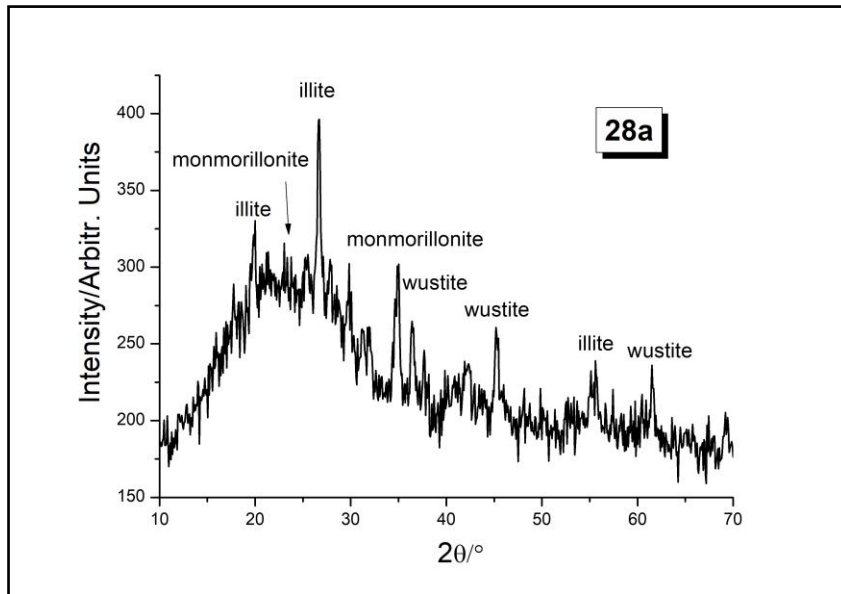


Fig. 4 Spettro XRD del campione 28a

È comunque da rilevare l'assenza di elementi potenzialmente volatili quale è lo zolfo. Si può di conseguenza ipotizzare che la scoria potrebbe appartenere a una fase finale di *smelting*.

CAMPIONE N° 28b TI-SIG

Provenienza: Miniera di Aouam-Filone del Signal

Frammento di scoria dal filone del Signal, di colore marrone-aranciata e aspetto compatto (Fig. 1).



Fig. 1. Scoria dal Signal denominato campione 28B

Osservazioni SEM sono state effettuate su tutte le differenti morfologie della scoria, quelle più significative sono riportate in Fig. 2, 3.

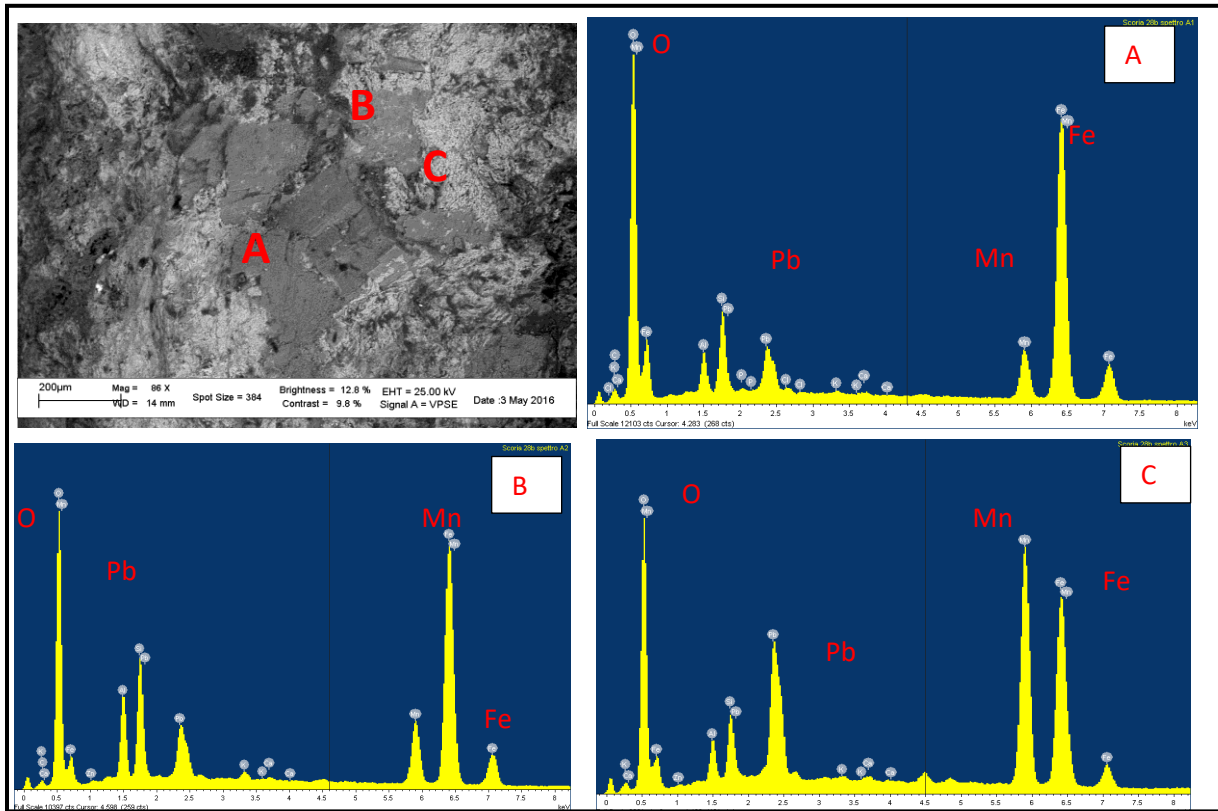


Fig. 2. L'immagine SEM mostra tre differenti strutture nella morfologia della scoria in corrispondenza delle aree in cui sono stati registrati gli spettri EDS

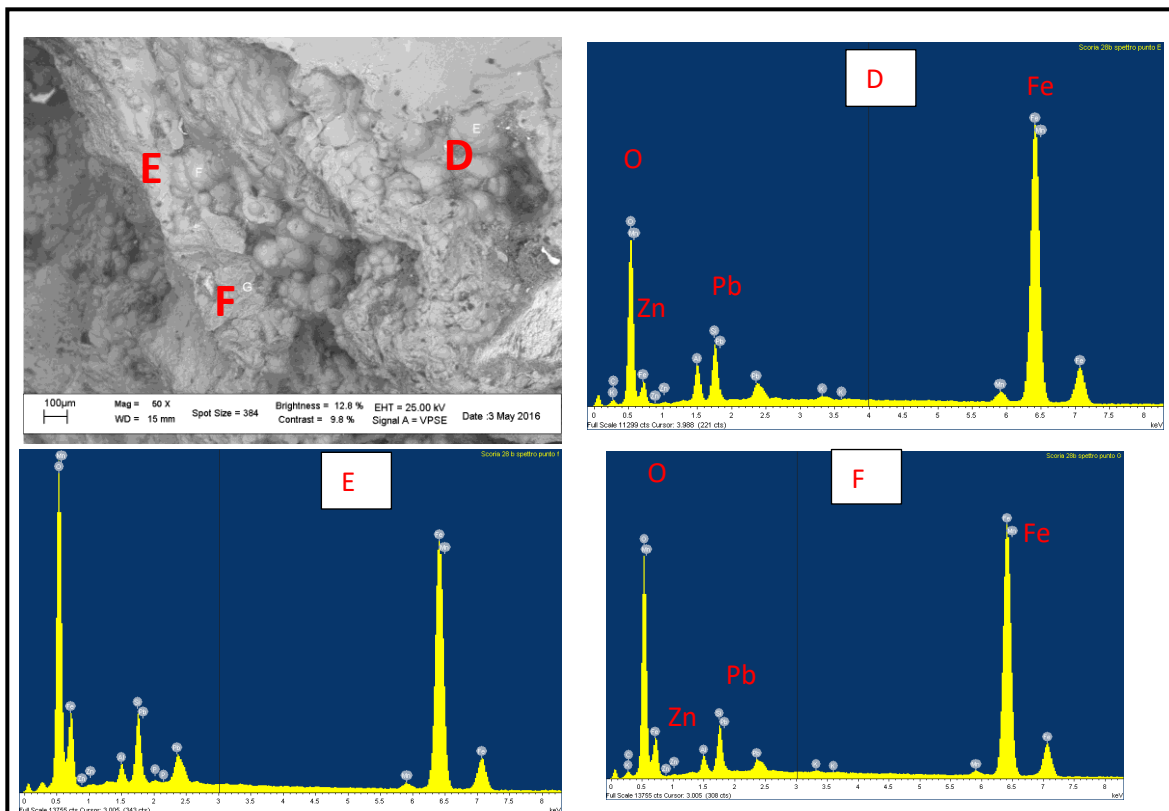


Fig. 3. L'immagine SEM mostra altre differenti strutture presenti nella scoria e le aree di acquisizione degli spettri EDS

Le intensità dei picchi di ciascun elemento presente nello spettro EDS sono state valutate come percentuali in peso e sono riportati nella Tabella I.

Tab. I. Percentuali in peso degli elementi individuati con le analisi EDS delle aree riportate nelle immagini SEM

	O	C	P	Al	Si	Mn	K	Ca	Fe	Zn	Pb
A	48.5	4.3	0.2	2.5	4.2	4.6	-	0.2	29.8	-	5.3
B	44.0	3.5	-	5.2	6.8	6.0	0.4	0.2	26.9	0.2	6.7
C	39.0	-	-	2.3	3.3	21.5	0.2	0.2	17.9	0.3	15.2
D	37.0	3.0	-	3.8	5.0	1.5	0.3	-	45.6	0.5	3.2
E	52.0	-	0.2	1.7	4.9	0.7	-	-	35.6	0.2	4.6
F	44.7	1.6	-	2.0	4.3	0.6	-	-	43.8	0.4	2.5

Dalle analisi si riscontra la presenza di piombo, ferro e manganese come elementi maggioritari, pur se in concentrazioni variabili nelle diverse aree analizzate. Lo zinco, invece, è presente solo in tracce.

Questa composizione è del tutto confrontabile con quella delle altre scorie presenti nello stesso sito minerario, anche se in certa qual misura diversa a causa della probabile formazione di composti differenti.

Viste le tracce di fosforo – presumibilmente pertinente a una frazione fondente a base di ossa triturate – si può ipotizzare che la scoria si collochi nella fase iniziale di smelting.

CAMPIONE N. 30 TI-SIG

Provenienza: Miniera di Aouam-Filone del Signal

Scoria di aspetto compatto, di colorazione nera all'interno come si osserva nella sezione di frattura (Fig. 1).

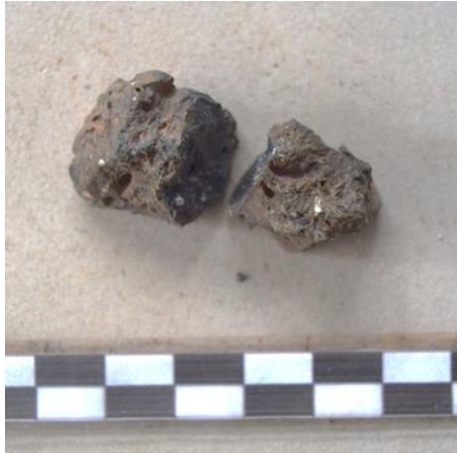


Fig. 1 Scoria dal Signal, rotta in due frammenti denominata campione 30

Non sono state osservate, in microscopia elettronica, strutture particolarmente indicative, in Tab. I si riportano le analisi EDS di due macro aree interne della scoria.

Tab. I Valori quantitativi dell'abbondanza degli elementi individuati con le analisi EDS (wt% \pm 0.2)

	O	Al	Si	P	Mn	K	Ca	Fe	Ba	Pb
1	29.4	2.6	13.7	1.0	3.6	0.8	2.2	9.7	6.3	30.4
2	26.7	-	5.7	-	1.0	0.7	1.0	3.8	4.4	56.8

Dalle analisi si nota la associazione della presenza di ferro, piombo e manganese come in tutte le altre scorie della stessa zona. Interessante è la presenza di bario, metallo molto reattivo spesso in associazione con il piombo. Il bario in molti suoi composti ha una certa volatilità e la sua presenza, associata alla assenza dello zolfo, potrebbe indurre la sua formazione in una zona non molto calda del forno utilizzato per operazioni di *roasting* del minerale.

CAMPIONE N. 33a TI-SIG

Provenienza: Miniera di Aouam-Filone del Signal

La scoria sembra avere una composizione polimerica e colorazioni delle diverse aree variabile dal nero al marrone (Fig. 1).



Fig. 1. Scoria polimerica denominata campione 33a

Analisi SEM-EDS sono state effettuate su ogni differente morfologia osservata; in Fig. 2 e 3 si riportano quelle che hanno dato i risultati più significativi.

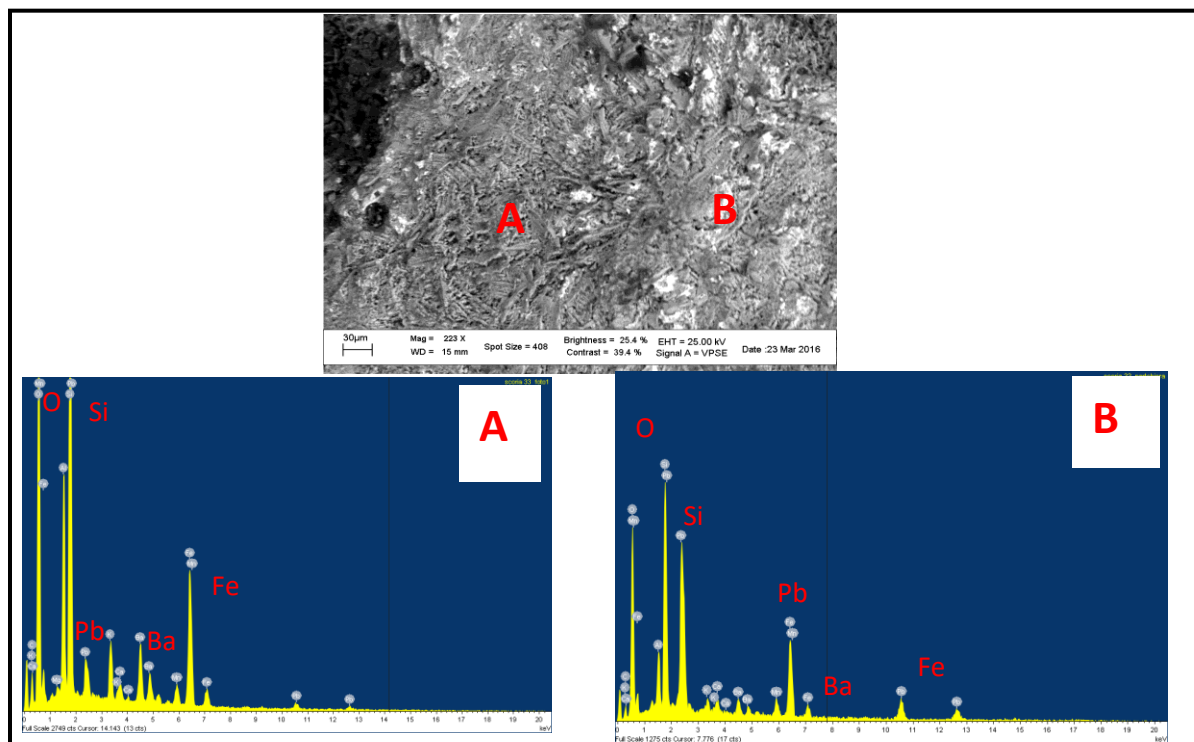


Fig. 2. Immagine SEM in elettroni retrodiffusi con indicate le aree sottoposte ad analisi EDS; l'area (A) con formazioni cristalline regolari per forma e dimensione, e l'area (B) non ben strutturata ma che presenta contrasto chiaro nell'immagine in elettroni retrodiffusi.

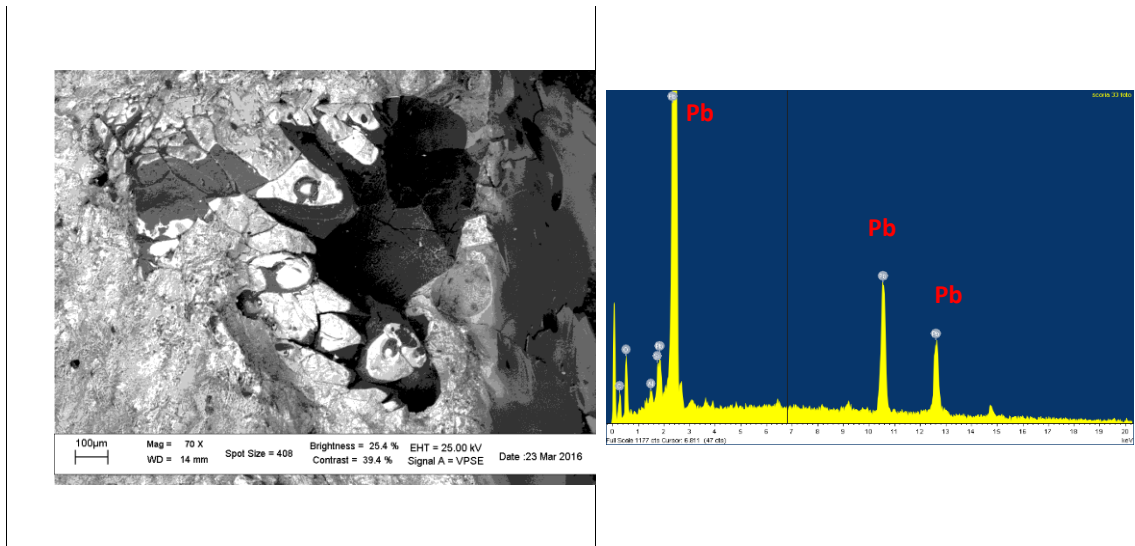


Fig. 3. Immagine al SEM a bassi ingrandimenti: macro formazioni con crescita radiale in una cavità con lo spettro EDS identificativo del piombo

Le valutazioni quantitative dell'abbondanza degli elementi individuati con l'analisi in EDS, sono riportate in Tab I.

Tab. I Percentuale in peso (wt% \pm 0.2) degli elementi riscontrati con analisi EDS nelle aree indicate nelle immagini SEM.

	C	O	Mg	Al	Si	K	Ca	Mn	Fe	Ba	Pb
A	9.0	49.6	0.3	6.6	13.2	1.7	0.5	1.2	8.8	6.1	3.0
B	9.1	42.8	-	2.9	10.6	0.6	0.6	1.6	8.7	3.2	19.9
C	10.1	19.7	-	0.7	1.2	-	-	-	-	-	68.3

Osservando i dati relativi alla composizione delle aree analizzate, si può confermare la composizione polifasica della scoria all'interno della quale, dopo un processo termico seguito da un raffreddamento lento, si sono formate fasi differenti con differente composizione. Avendo rilevato nel campione un'alta percentuale di piombo, si può ipotizzare che la scoria possa essere collocata nello *smelting* del minerale di piombo.

CAMPIONE N. 33b TI-SIG

Provenienza: Miniera di Aouam-Filone del Signal

Scoria di aspetto vetroso di color nero lucido con formazioni bollose di diverse dimensioni (Fig. 1).

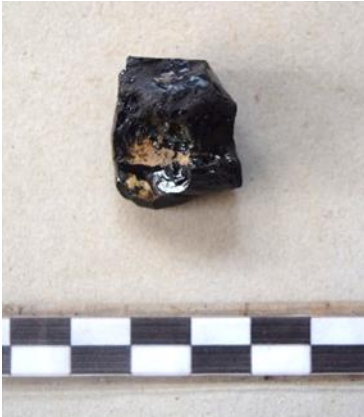


Fig. 1. Scoria denominata campione 33b

Analisi SEM EDS sono state effettuate su aree differenti (Fig. 2, 3).

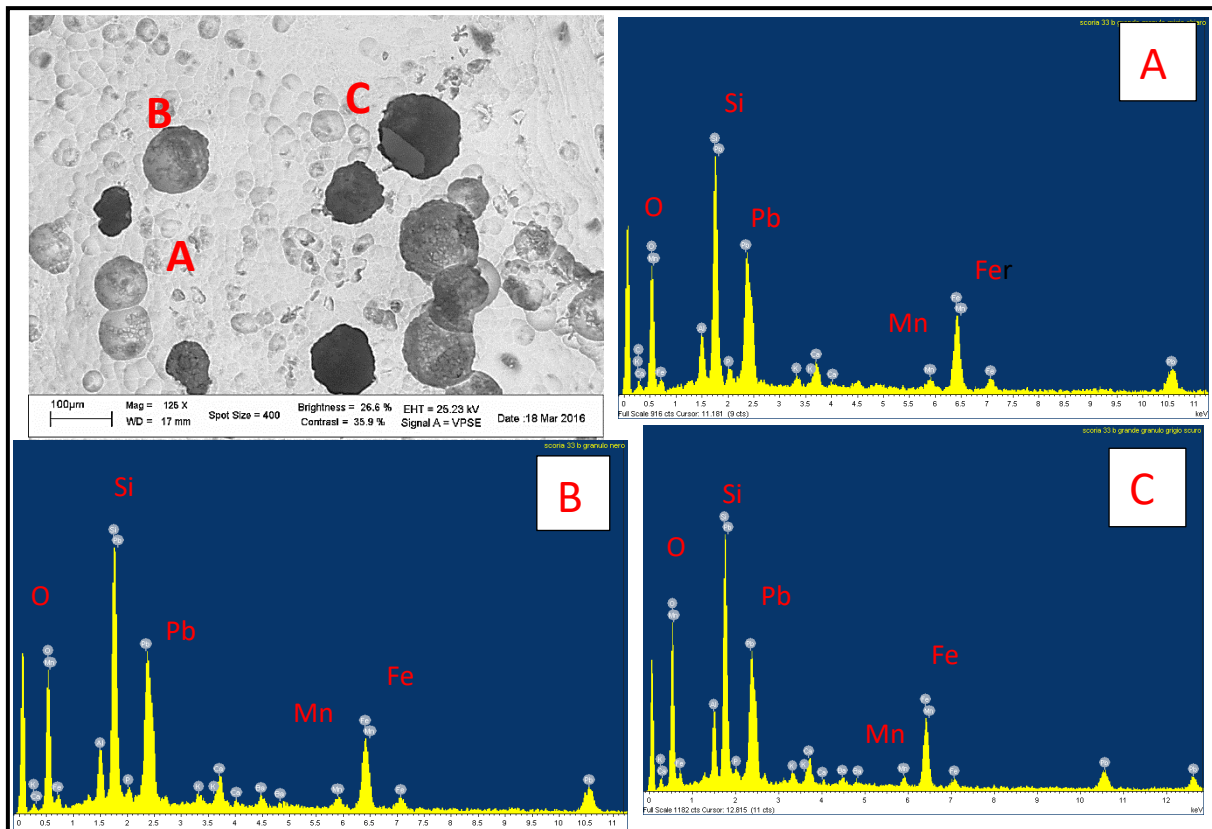


Fig. 2. Immagine SEM in elettroni retrodiffusi con indicate le aree sottoposte ad analisi EDS.

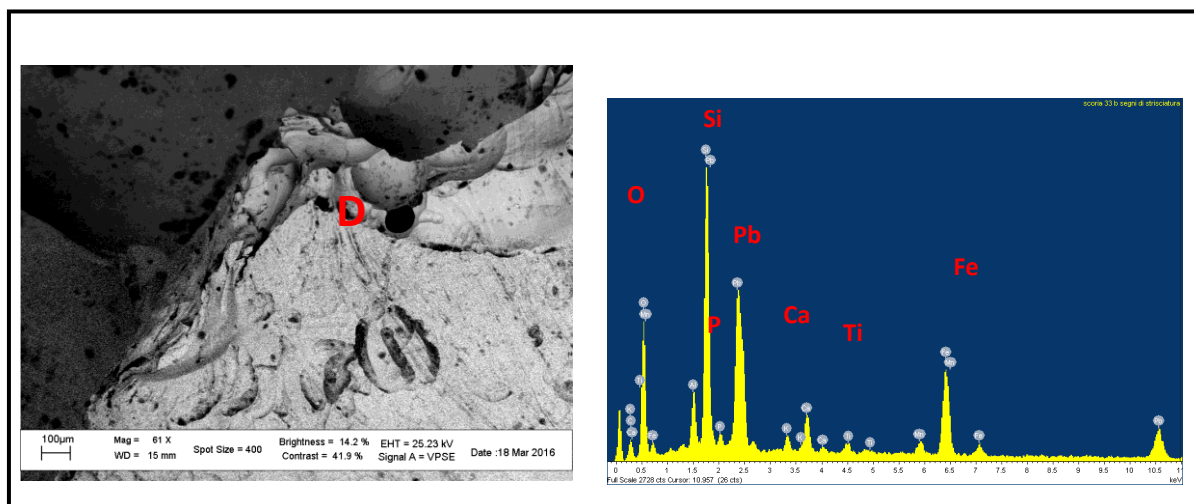


Fig. 3. Immagine SEM con struttura vetrosa con inclusioni inglobate, e relativo spettro EDS

La Tabella I riporta i dati quantitativi delle specie chimiche individuate con l'analisi EDS.

Tab. I Percentuale in peso (wt% \pm 0.2) degli elementi individuati con analisi EDS nelle aree indicate nelle immagini SEM.

	C	O	Al	Si	P	K	Ca	Ti	Mn	Fe	Ba	Pb
A	6.7	40.9	3.0	12.9	1.2	0.8	1.7	-	1.2	10.6	-	21.0
B	-	45.5	4.5	14.2	0.8	0.8	1.7	-	1.2	9.1	1.5	20.6
C	-	40.6	3.4	15.0	1.0	0.7	2.0	-	1.9	9.5	2.2	23.8
D	7.9	38.3	3.0	13.2	0.8	1.0	2.3	0.6	1.3	10.0	-	21.6

Dalle analisi si può evincere che il non elevato contenuto del piombo e l'aspetto vetroso con la presenza di inclusi vari, può essere indice di un processo di estrazione del piombo.

CAMPIONE N. 19 COLSCO

Provenienza: Miniera di Aouam-Collina delle Scorie

Reperto prelevato dalla collina delle scorie (Fig. 1), con aspetto spugnoso e presenza di porosità diffusa. Il colore è nero-marrone con punti aranciati. È evidente una patina di degrado.



Fig. 1 Scoria dall'area della collina delle scorie denominata campione 19.

Le analisi composizionali al SEM- EDS evidenziano la struttura della fayalite e della wustite, Fig.2

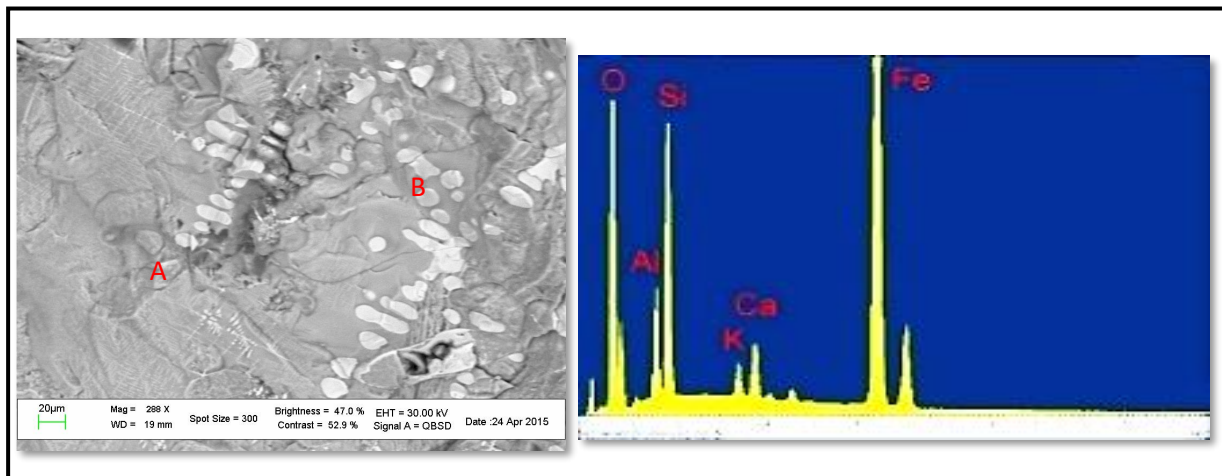


Fig.2 Immagine SEM con evidenti strutture tipiche della wustite A, in matrice vetrosa con fayalite, B. Lo spettro EDS si riferisce all'intera area.

Su diverse aree del campione sono state effettuate analisi EDS; a titolo di esempio si riportano i dati quantitativi degli elementi maggiormente presenti (Tab. I).

Tabella I. Percentuale in peso (wt% \pm 0.2) degli elementi individuati con analisi EDS

	O	Mg	Al	Si	S	K	Ca	Ti	Fe
A	44.2	-	4.1	12.2	0.7	1.1	3.3	0.3	34.1
B	33.4	0.5	2.0	4.8	-	-	0.6	0.3	58.3

Dai risultati delle analisi si vede che la scoria mostra una presenza minoritaria di zolfo a fronte di una percentuale molto alta in ferro.

La fayalite, e la wustite sono differenti fasi di ossidazione del ferro. Questo dato indica che il ferro faceva parte dei minerali della miniera, ma che una volta ridotto a ossido per le alte temperature, non si poteva più trattare per ricavarne ferro metallico.

CAMPIONE N. 24 b COLSCO

Provenienza: Miniera di Aouam-Filone del Signal

Il reperto, prelevato alla base della collina delle scorie, ha un aspetto compatto con scarsa porosità. Colore grigio-marrone. Presenta impronte di materiale inorganico come un intreccio di fibre tutte di dimensioni regolari. È evidente una patina di degrado.



Fig. 1. Scoria denominata campione 24b

Osservazioni al SEM sono state eseguite su diverse aree della scoria, notando una predominante diffusione di forme cristalline. Due aree significative analizzate mediante la tecnica SEM-EDS sono riportate in Fig. 2.

Nella prima immagine SEM notiamo che nella matrice a struttura prevalentemente cristallina è presente una evidente porosità bollosa; nella seconda immagine, ottenuta a ingrandimenti maggiori, è evidente la struttura della scoria fatta prevalentemente di una fitta rete di cristalli prismatici.

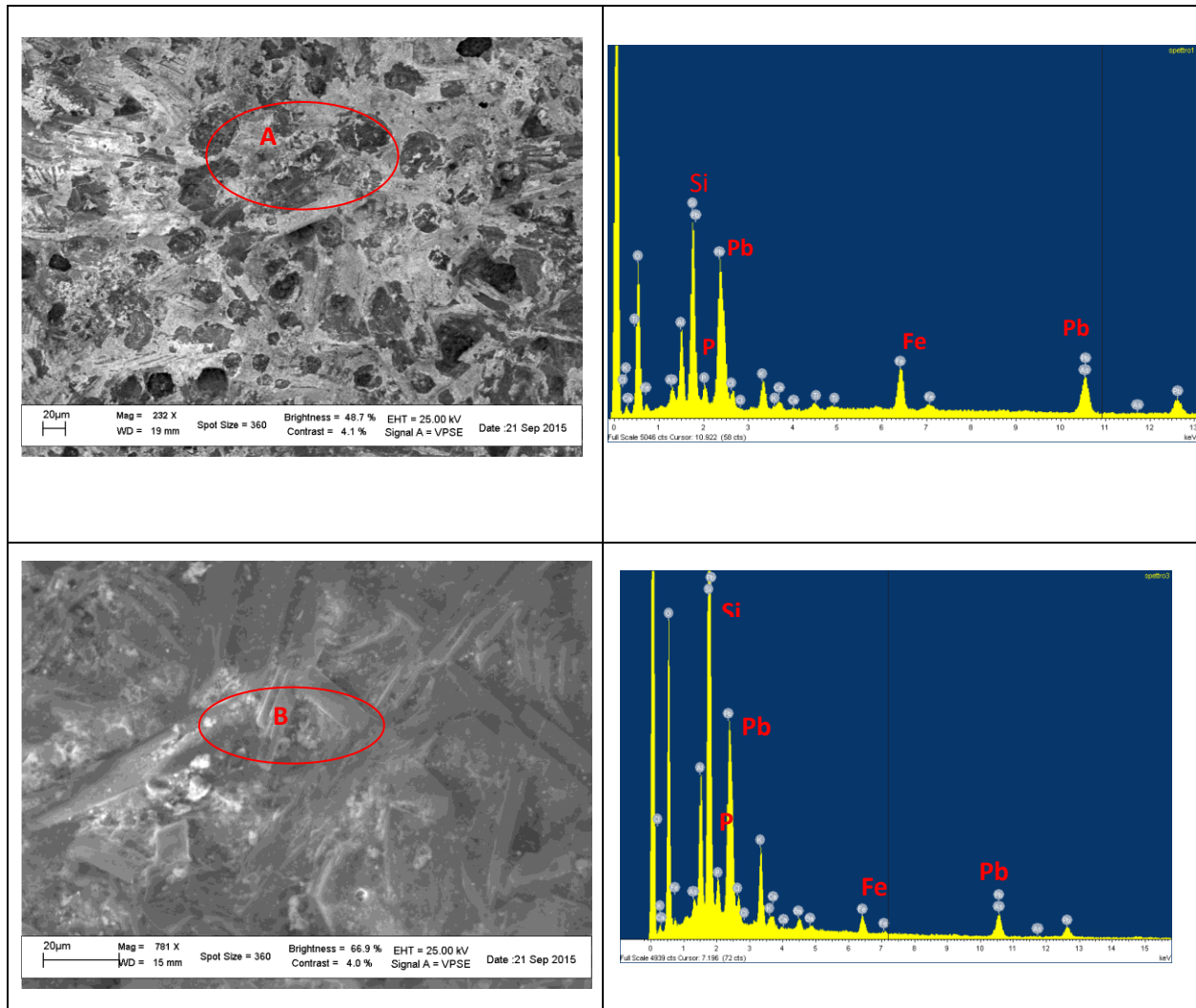


Fig. 2. Immagini SEM in elettroni retrodiffusi di due aree del campione (A e B) con i rispettivi spettri EDS.

Le abbondanze degli elementi individuati consentono di fare una valutazione migliore delle caratteristiche composizionali della scoria (Tab. I).

Tab. I Percentuale in peso (wt% \pm 0.2) degli elementi individuati con l'analisi EDS delle aree indicate nelle immagini SEM.

	O	Al	Si	P	K	Ca	Fe	Pb
A	49.3	5.0	11.4	1.6	2.3	0.6	6.2	23.5
B	53.6	4.8	16.5	1.5	3.3	0.3	1.4	18.5

Dalle analisi è emersa la presenza maggioritaria del piombo, mentre le abbondanze relative degli altri elementi sono coerenti con la natura del materiale minerario, a eccezione della presenza del fosforo, presumibilmente attribuibile a un fondente di natura organica, come ossa triturate, dato che non sono state osservate macro-morfologie tipiche della struttura ossea. In base a questi dati, la scoria potrebbe essere collocata nel processo di smelting del piombo.

CAMPIONE N.24c COLSCO

Provenienza: Miniera di Aouam-ColSCO

La scoria (Fig. 1) è stata prelevata dalla collina delle scorie e presenta il tipico aspetto da solidificazione di materiale a partire da un fluido; la colorazione è nera opaca.



Fig. 1. Scoria dalla collina delle scorie denominata come campione 24c

Le tre differenti fasi di cui è formata la scoria, analizzate in EDS sono presentate in Fig. 2.

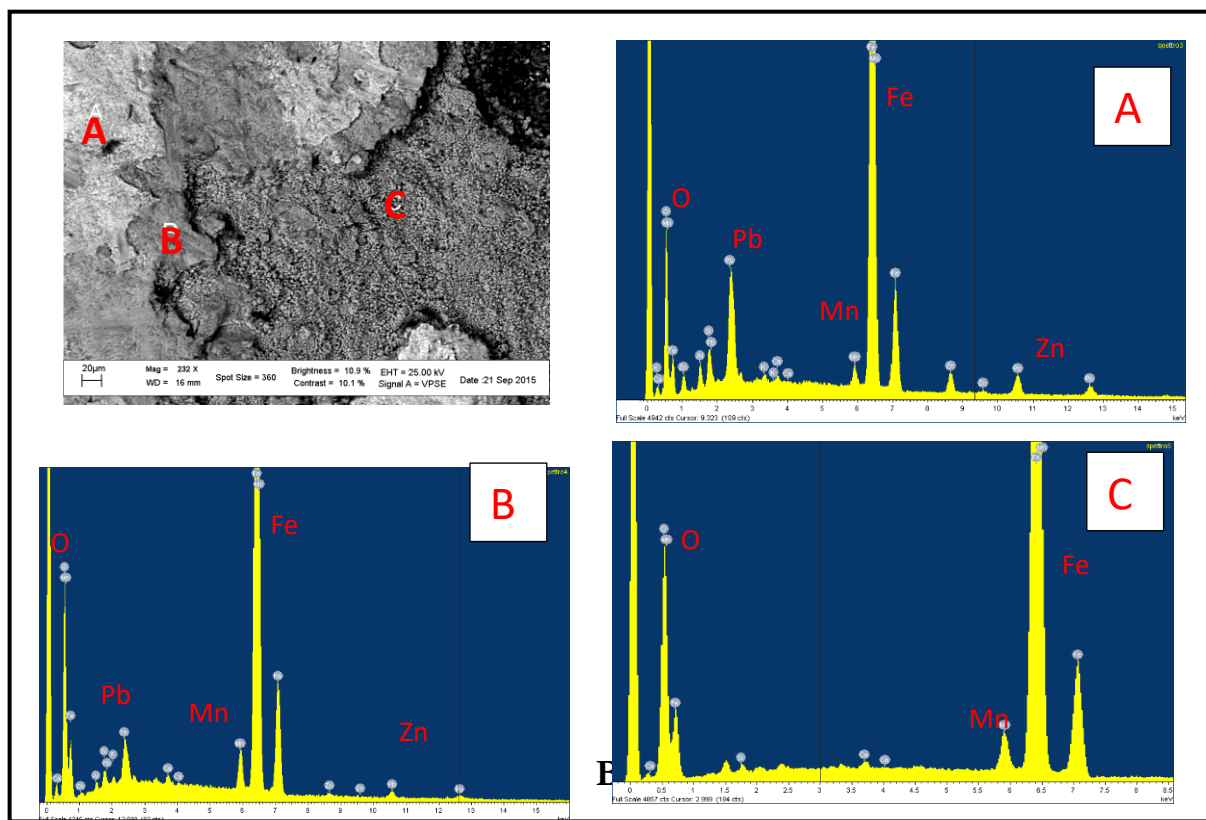


Fig. 2. Le tre fasi, A, B e C individuate all'analisi SEM ed i relativi spettri EDS.

La valutazione quantitativa delle intensità dei picchi dello spettro ottenuto in condizioni di emissione di energia (Tab. I), permette di fare delle ipotesi sulla presenza di possibili composti.

Tab. I Percentuale in peso ($wt\% \pm 0.2$) degli elementi riscontrati con analisi EDS nelle aree indicate nelle immagini SEM.

	O	Al	Si	K	Ca	Mn	Fe	Zn	Pb
A	21.0	1.6	1.8	0.3	-	1.4	60.0	3.3	10.5
B	23.4	0.5	0.8	-	0.3	2.7	67.5	0.4	4.3
C	24.3	-	0.5	-	0.3	2.8	72.1	-	-

Dalle analisi EDS abbiamo riscontrato un alto contenuto di ferro e manganese (Ferromanganese con una elevata percentuale di Fe). Il manganese sembra sempre costante al 3% rispetto al ferro.

Dall'insieme dei dati analitici ottenuti in aree del campione, si rileva che il notevole contenuto di ferro rimane costante, mentre quello del Pb varia a dimostrazione che si è in presenza di una scoria prodotta dall'estrazione del Pb e che il ferro non fosse considerato. Il minerale da cui si estraeva il Pb (galena PbS) è spesso associato nelle mineralizzazioni a solfuri di Zn, Fe o ad altri minerali secondari che dovevano essere separati durante il processo pirometallurgico. Questa scoria potrebbe essere collocata nel processo di Smelting del piombo

CAMPIONE N° 26 COLSCO

Provenienza: Miniera di Aouam-ColSCO

Scoria di materiale fortemente vetroso di colore nero con riflessi blu proveniente dalla collina delle scorie (Fig. 1).

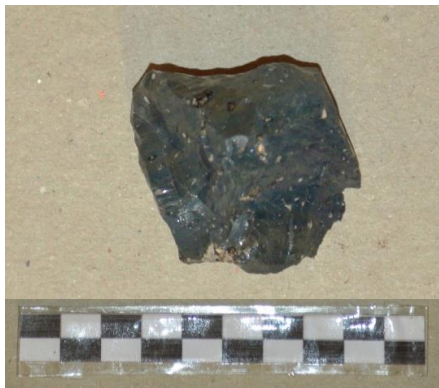


Fig. 1. Scoria denominata campione 26

All'osservazione SEM si nota una matrice vetrosa continua con delle rare macro inclusioni a contrasto chiaro. In Fig. 2 sono indicate le zone oggetto di analisi EDS.

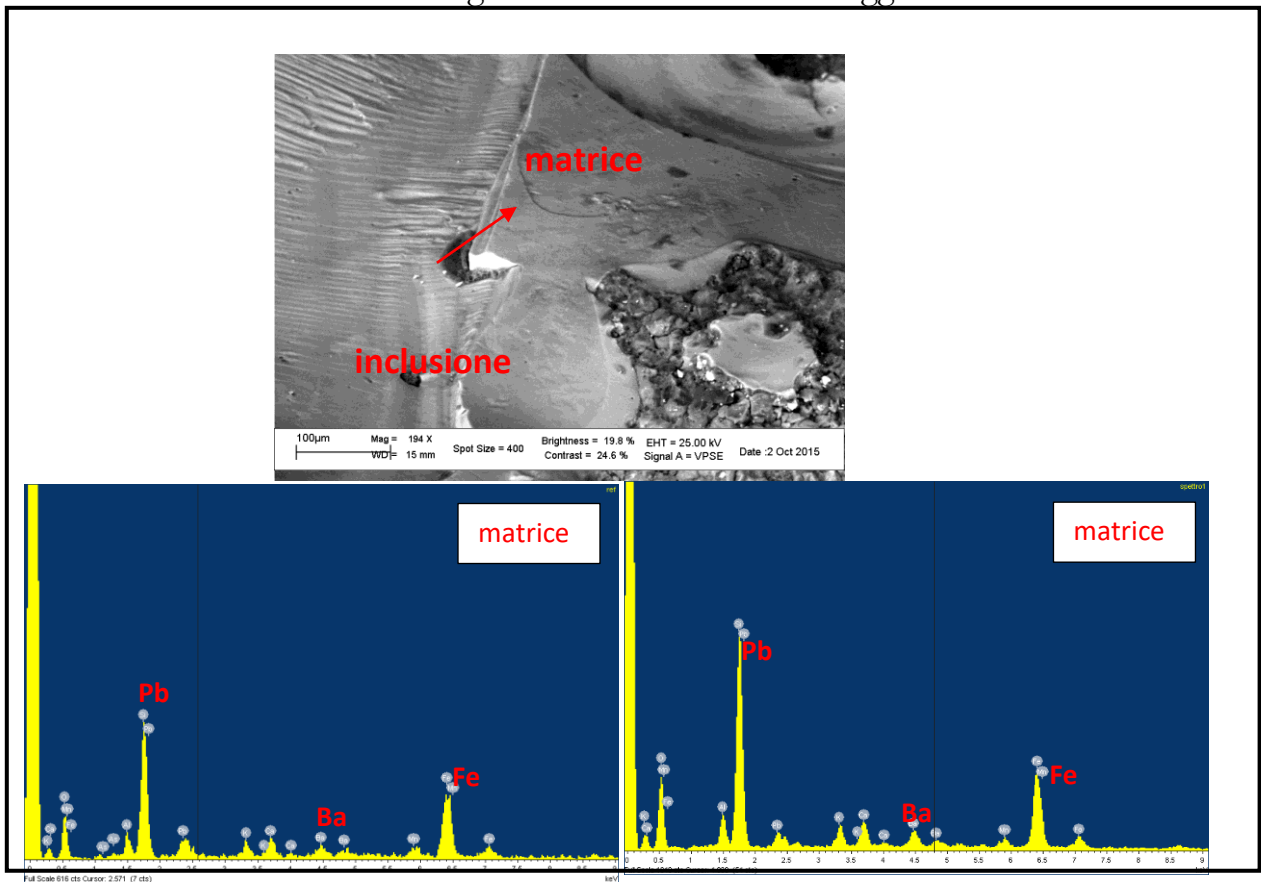


Fig. 2. Analisi SEM EDS delle due fasi presenti nel campione 26.

Anche se le aree analizzate sono visibilmente diverse, rispettivamente rappresentative di una matrice generale omogenea con fratture concoidi e di granuli dal contrasto chiaro, ben visibili nell'immagine in elettroni retrodiffusi, i rispettivi spettri mostrano un andamento simile, senza che siano messi evidenza i nuclei composti di solo piombo. Quanto detto è meglio valutabile dal confronto della composizione elementale quantitativa delle due zone analizzate (Tab. I).

Tab. I Percentuale in peso (wt% + 0.2) degli elementi riscontrati con analisi EDS nelle aree indicate nelle immagini SEM.

	O	Al	Si	K	Ca	Mn	Fe	Ba	Pb
Inclusione	35.4	3.7	20.3	2.0	2.8	2.5	21.2	5.0	7.0
Matrice	38.3	3.9	23.3	2.2	2.8	1.6	18.0	5.6	4.2

Ciò denota che la presenza del piombo non si limita alla sola sua nucleazione dalla matrice, ma che è diffuso in tutto il corpo della scoria. Questo porterebbe a ipotizzare un processo estrattivo, quale lo smelting del piombo, non perfettamente riuscito; cioè in termini tecnici una resa non quantitativa.

CAMPIONE N. 34 COLSCO

Provenienza: Miniera di Aouam-ColSCO

La scoria (Fig. 1) prelevata dalla collina delle scorie ha un aspetto spugnoso con presenza di porosità. Colore grigio-biancastro. In alcune zone presenta segni, simili a striature parallele. È evidente una patina di degrado.



Fig. 1. Prelievo dalla collina delle scorie denominato campione 34

Utilizzando gli stessi parametri strumentali per l'indagine SEM-EDS degli altri campioni, la scoria è stata analizzata in tutte le sue aree, differenti per morfologia e livelli di grigio nelle osservazioni in elettroni retrodiffusi (Fig. 2, 3).

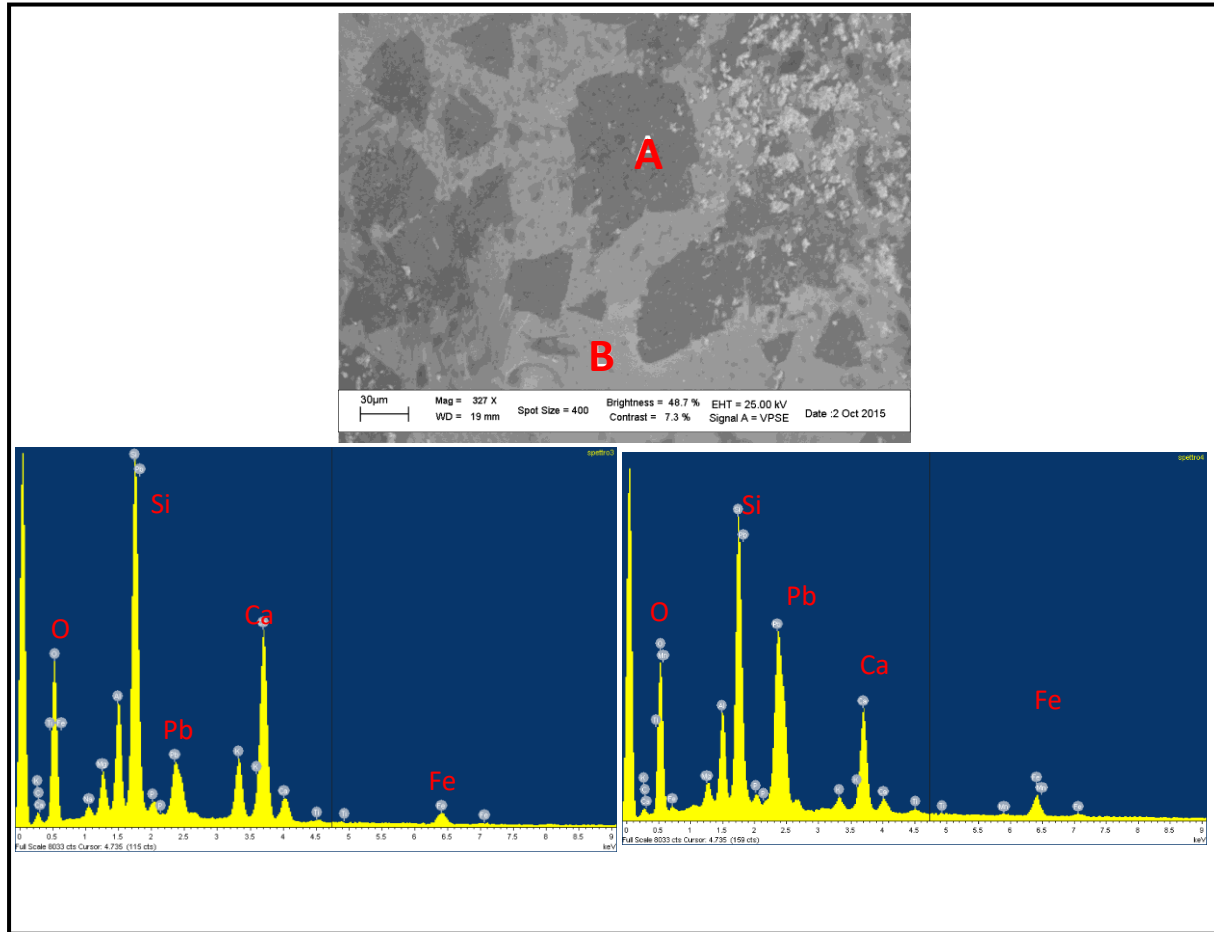


Fig. 2. Immagine SEM in elettroni retrodiffusi con indicate le aree sottoposte ad analisi EDS

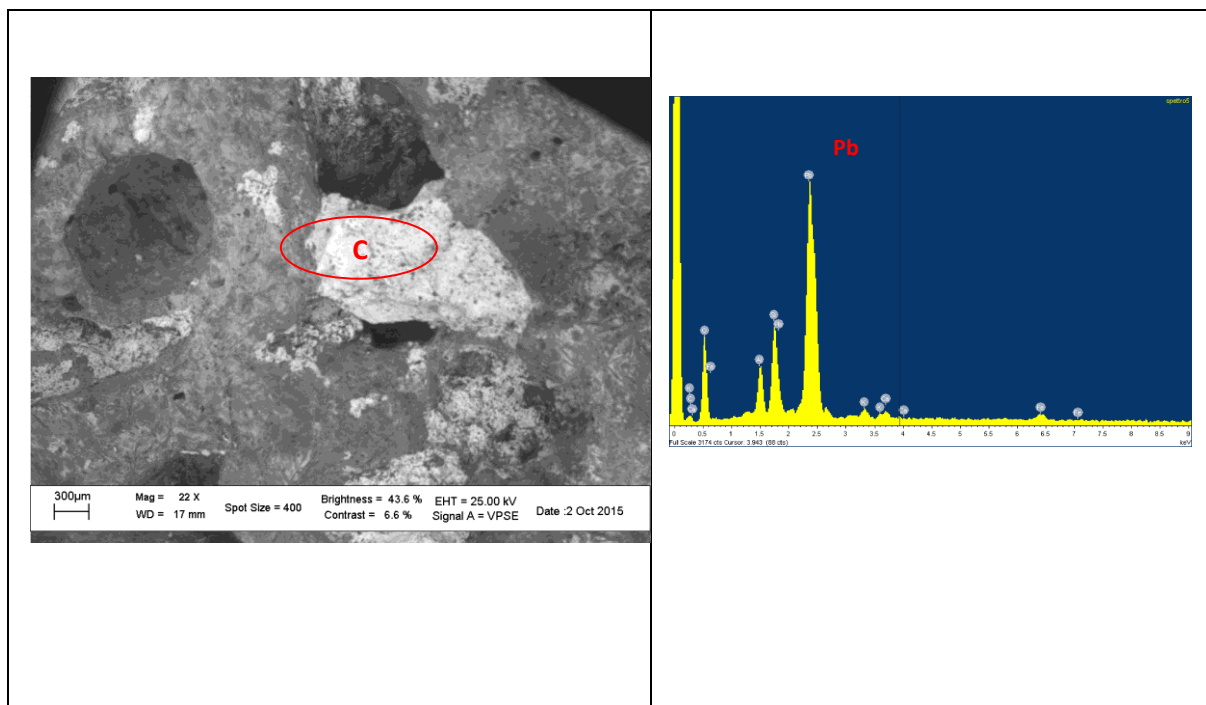


Fig. 3. Immagine SEM in elettroni retrodiffusi di una delle particelle a contrasto chiaro disperse in molte parti della matrice della scoria risultata essere piombo nello spettro EDS.

I risultati della elaborazione quantitativa dell'abbondanza degli elementi determinati in EDS sono presentati in Tab. I.

Tab. I Percentuale in peso ($wt\% \pm 0.2$) degli elementi riscontrati con analisi EDS nelle aree indicate nelle immagini SEM.

	C	O	Mg	Al	Si	P	K	Ca	Fe	Pb
A	8.9	51.4	2.3	4.5	13.8	0.7	2.6	8.7	1.0	6.0
B	4.0	39.3	1.7	5.0	14.3	0.8	0.9	6.8	2.6	24.5
C	13.5	46.7	-	2.9	4.6	-	0.7	0.4	0.7	30.5

La presenza di fosforo è significativa, e anche se non è possibile fare una valutazione stechiometrica con il calcio, dato che quest'ultimo è presente anche in tutta la matrice della scoria, potrebbe essere una testimonianza dell'uso di ossa nel procedimento termico. Una foto a più alti ingrandimenti di un'area del campione, Fig.4, permette di individuare formazioni cristalline con abito regolare.

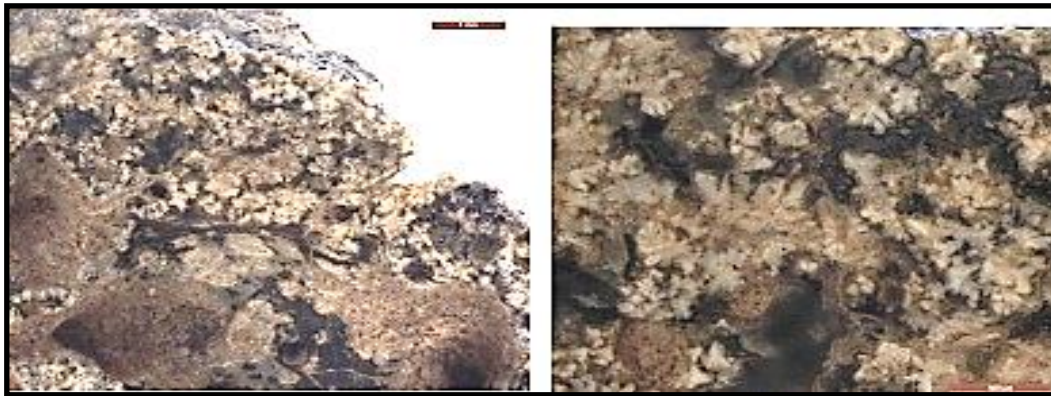


Fig. 4 Foto ad alti ingrandimenti di una parte del campione.

La scoria disomogenea e porosa è composta essenzialmente da silicati misti, ossidi e carbonati di Pb in cui sono disperse particelle di Pb metallico come si evince dall'immagine SEM in Fig.5.

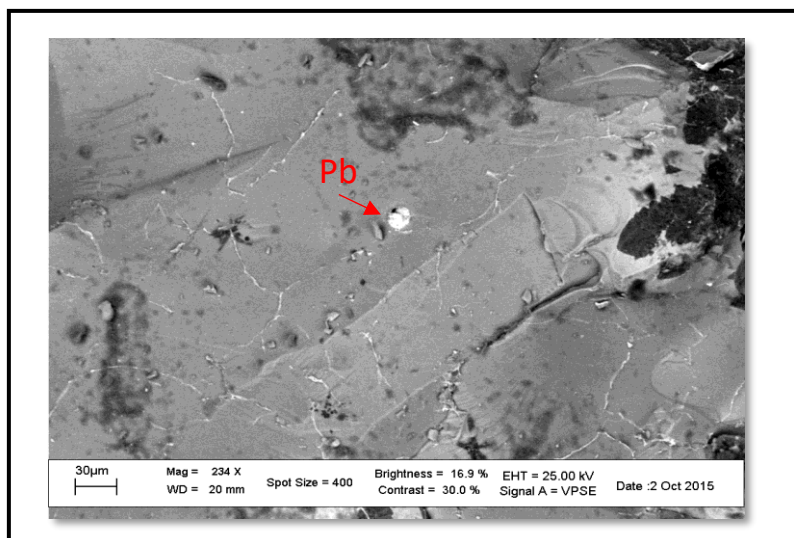


Fig.5 Immagine SEM con evidenza di una particella di piombo determinato in EDS

Sia L'analisi Raman che XRF, condotte sul campione, evidenziano la presenza di composti silicatici anche con il piombo, Fig. 6.

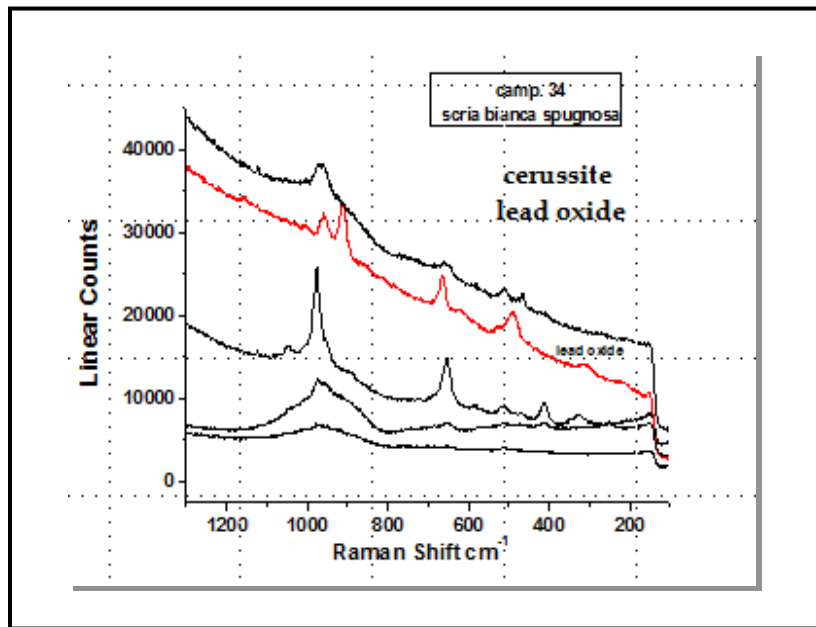


Fig.6 Spettro Raman con indicate le specie osservate.

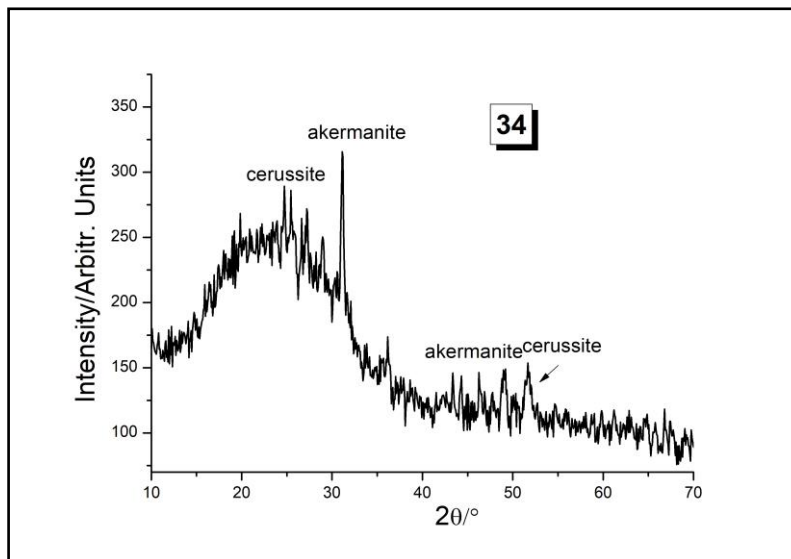


Fig.7 Spettro XRD con indicate le specie osservate

In base alle osservazioni raccolte dalla disamina dei dati sperimentali, questo tipo di scoria si può collocare tra le scorie di estrazione del Piombo.

CAMPIONE N. 57 COLSCO

Provenienza: Miniera di Aouam-ColSCO

Trovato nella collina delle scorie, questo reperto non può essere classificato come scoria, ma piuttosto consiste in un frammento della parte terminale di una *Tuyère* o forse anche di una *blowpipe* data la sua piccola dimensione e modesta curvatura.



La Fig. 1 riporta l'immagine della *blowpipe* a destra, e della sua sezione, a sinistra.

È possibile notare nella sezione che la parte esterna nera è quella vetrificata, mentre la parte interna conserva il colore arancio-marrone dell'argilla cotta. Non ci sono inclusi visibili, ma l'argilla non calcarea – illitica contiene al suo interno frammenti di ceramica. L'analisi SEM-EDS è stata effettuata nella sezione trasversale per poter apprezzare eventuali variazioni di composizione dalla superficie verso l'interno (Fig. 2-5).

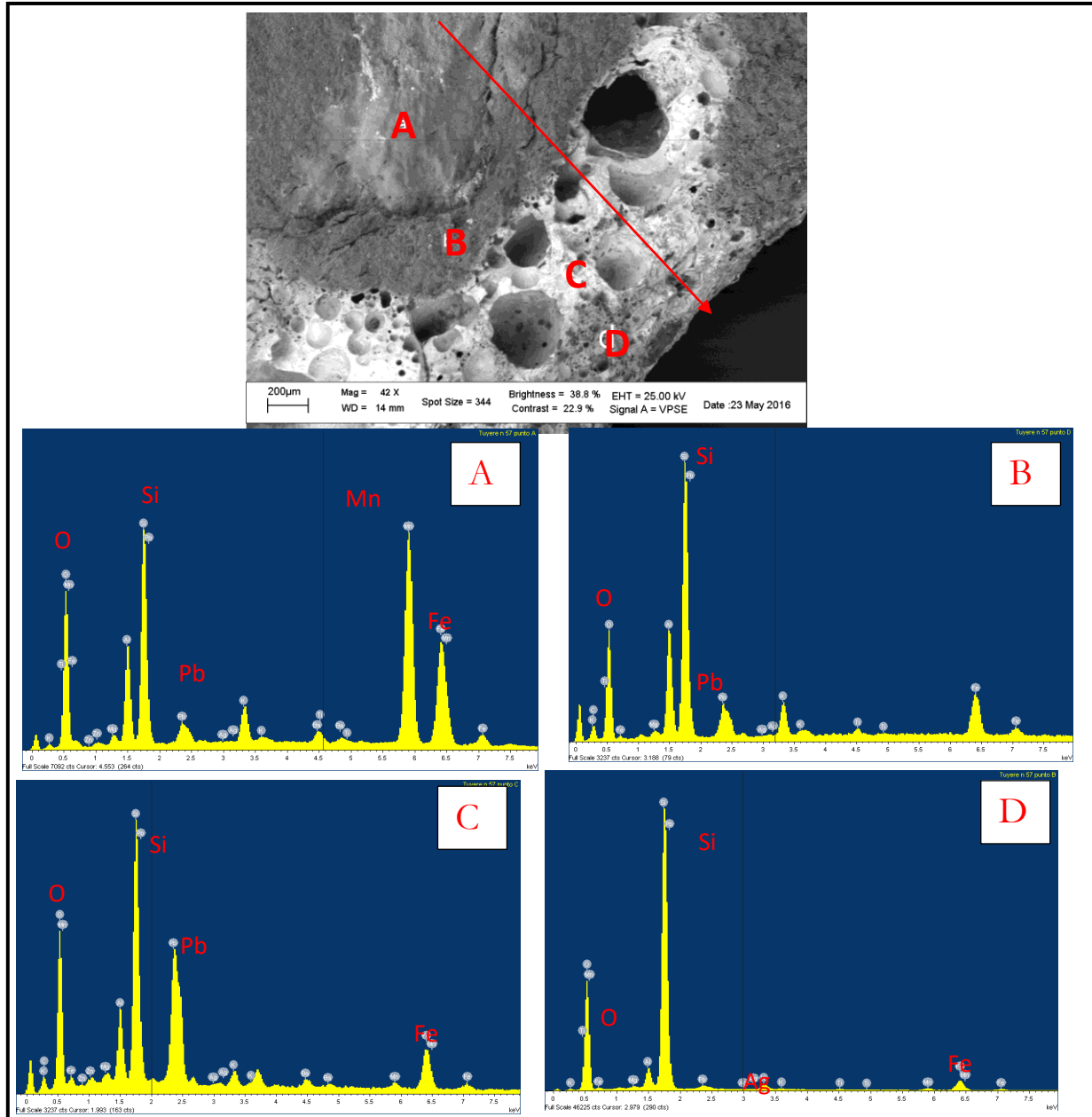


Fig. 2. Immagine SEM in elettroni retrodiffusi con indicate le aree sottoposte ad analisi EDS dei punti A, B, C, D lungo la direzione che va verso la superficie del campione.

L'analisi della sezione è particolarmente indicativa poiché fa apprezzare la presenza di elementi che sono minoritari per quantità, ma importanti per la valutazione archeo-mineralogica del reperto. In Fig. 2 bis è riportato un ingrandimento dello spettro D a titolo di esempio.

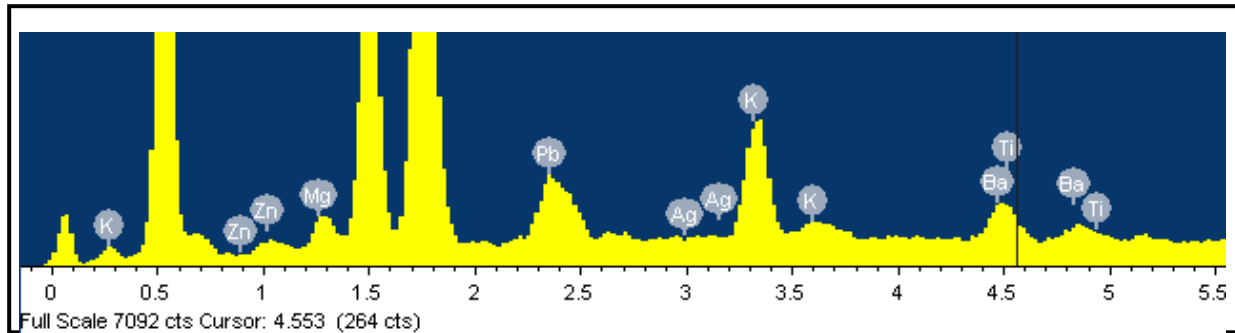


Fig. 2 bis: Ingrandimento di parte dello spettro EDS del punto D

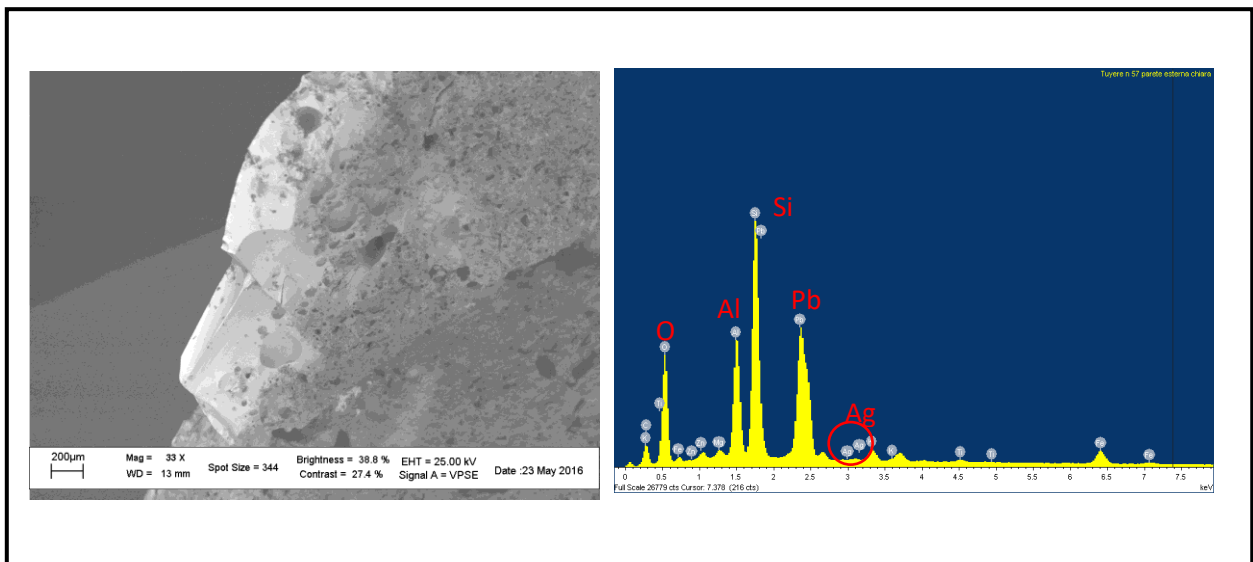


Fig. 3. Particolare della parete esterna con lo spettro EDS relativo all'intera area.

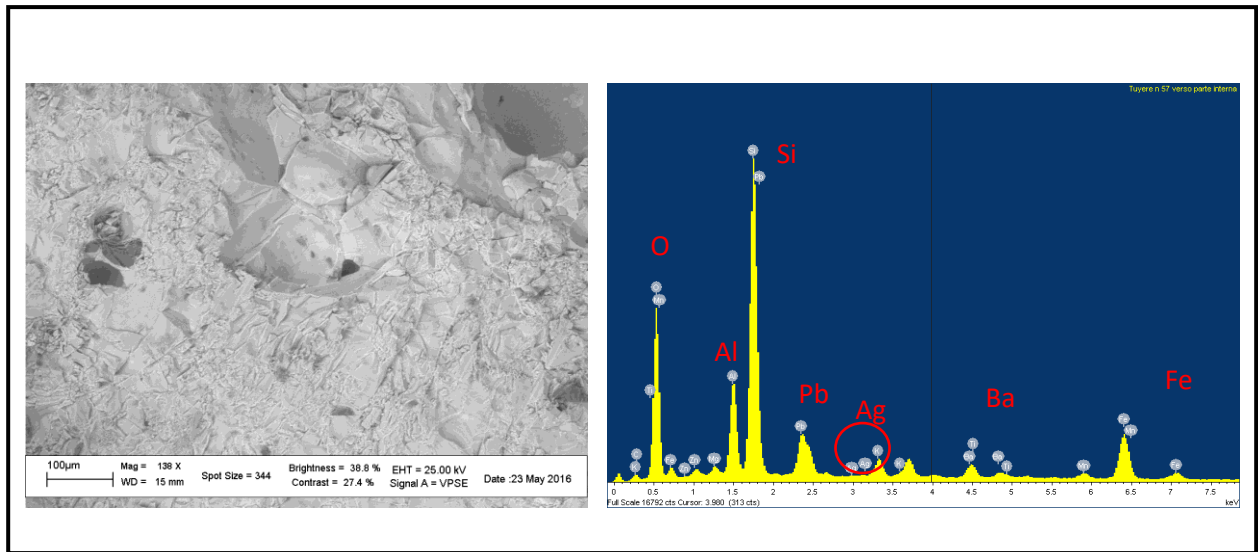


Fig. 4. Particolare della parete interna con lo spettro EDS relativo all'intera area.

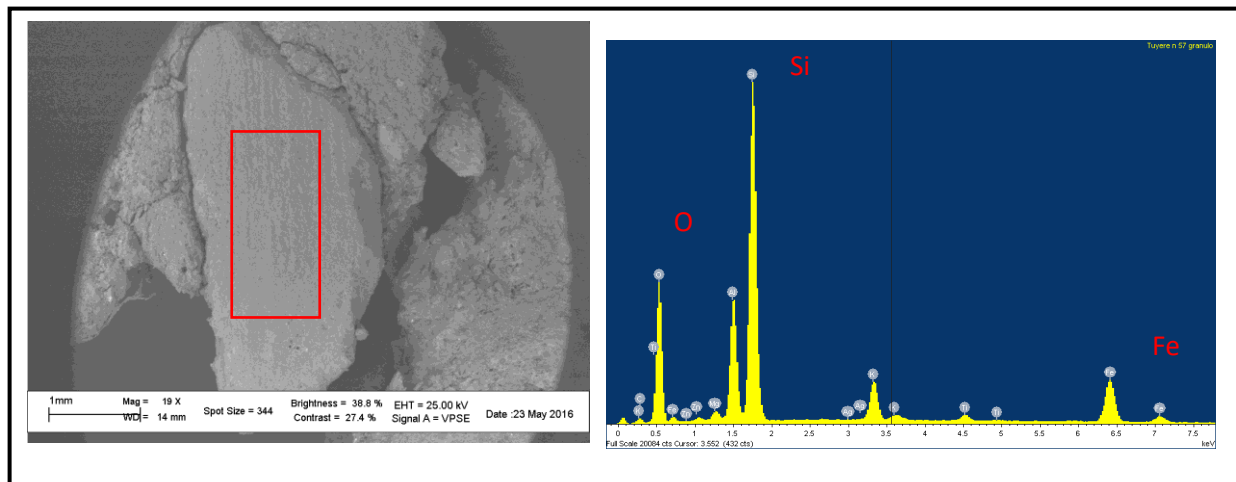


Fig. 5. Particolare di un cristallo con lo spettro EDS relativo all'area indicata nella immagine SEM

È possibile ricavare una tabella dei risultati quantitativi per interpretare una serie di elementi utili per potere effettuare confronti con campioni omologhi, Tab. I.

Tab. I Percentuale in peso (wt% \pm 0.2) degli elementi riscontrati con analisi EDS nelle aree indicate nelle immagini SEM.

	C	O	Mg	Al	Si	K	Ti	Mn	Fe	Zn	Ba	Pb
Fig. 2 A	-	33.5	0.8	7.0	14.0	2.2	0.3	24.2	11.6	1.4	1.7	3.2
Fig. 2 B	-	59.2	0.3	2.4	32.6	0.7	-	0.4	3.0	-	-	1.3
Fig. 2 C	8.1	43.3	0.6	4.0	13.7	1.0	-	0.6	5.3	1.2	1.7	20.4
Fig. 2 D	11.9	44.1	0.6	7.2	19.0	2.7	0.5	-	7.4	-	-	6.6
Fig. 3	13.4	40.4	0.6	6.9	13.6	0.9	-	-	1.9	0.5	-	21.7
Fig. 4	-	49.2	0.8	6.4	21.6	1.3	0.4	0.7	7.3	1.0	2.7	8.7
Fig. 5	1.3	50.8	1.0	8.9	26.0	3.2	0.6	-	7.9	0.3	-	-

Dalle analisi si riscontra che il reperto è stato ottenuto da una argilla non calcarea, di natura illitica. Nel campione si evidenziano tre zone distinte che riguardano la parte esterna quella vetrificata; la parte interna di argilla e una parte intermedia. Poiché nelle analisi EDS si è imposto al sistema di evidenziare il segnale dell'argento, si sono riscontrate tracce di questo elemento in tutti i punti analizzati; purtroppo, però, è impossibile quantizzarne l'abbondanza in quanto questa è al di sotto del limite di rilevabilità del sistema (100ppm).

Il ritrovamento di piombo nella parte terminale della blow pipe, quella a contatto con una alta temperatura, rende possibile assegnare il reperto all'operazione di ottenimento del piombo a partire dalla galena.

CAMPIONE N. 22

Provenienza: Miniera di Aouam-Colsco

Il frammento di parete di forno è stato prelevato dalla collina delle scorie nel sito di Aouam, Fig.1



*Fig.1 Frammento di parete di forno,
denominato campione 22*

Le pareti di forno potevano essere in pietra o pietra rivestita, o in argilla, o rivestite in mattoni; dovevano essere refrattarie per sopportare temperature e gradienti termici elevati.

Il frammento di parete di fornace (n. 22)² si presenta di colorazione uniforme, salvo per la superficie frontale che risulta vetrificata e di colore nero. Macroscopicamente non si distingue la presenza di particolari minerali o inclusi di altra natura. In sezione sottile è osservabile una prevalenza di quarzo e ossidi di ferro Fig.2. Dall'analisi petrografica è risultato che si tratta di una quarzite *ironstone*, così detta per la presenza di ossidi di ferro con un'elevata resistenza al calore.

² SULPIZIO et alii, 2016.

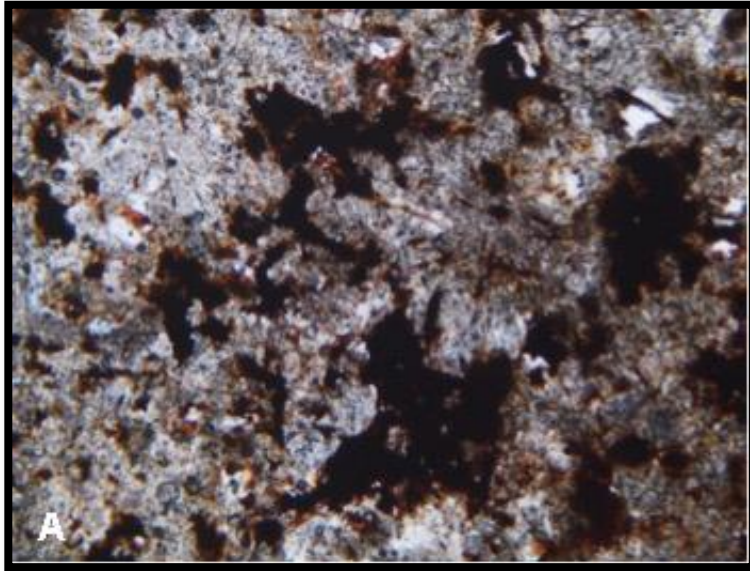


Fig.2 sezione sottile del campione 22

Lo spettro di diffrazione Fig. 3 riporta come minerali maggioritari quarzo, K-feldspati (sanidino), plagioclasti (albite) e miche (biotite) come minerali secondari, pirosseni (diopside) sono poco abbondanti.

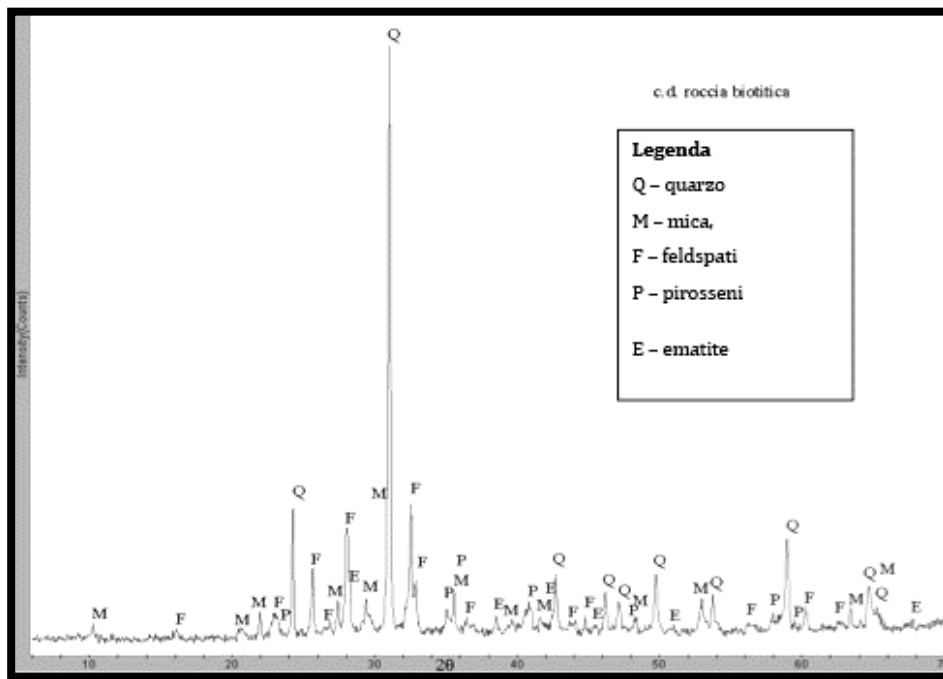


Fig.3 Analisi diffrattometrica sul campione 22.

L'analisi EDS condotta sulla roccia in frattura fresca per confrontare la composizione ottenuta mediante analisi petrografica e mediante analisi diffrattometrica, rileva una predominanza di Si, e altri elementi, ovviamente nello stato di ossidi, in percentuale inferiore: Al, Na, K e Fe. All'interno dei pori dello strato vetrificato della roccia sono state rinvenute tracce di Pb metallico sempre assente in ogni determinazione analitica della matrice.

Le informazioni congiunte permettono di ricondurre alle fasi di estrazione o di fusione del metallo nella fornace. Un altro particolare emerso è la presenza di cristalli di biotite spesso come minerali accessori nelle rocce. La caratteristica principale delle miche, come la biotite, è la refrattarietà e questo potrebbe indurre a pensare che la scelta di un materiale con tale caratteristica non sia stata casuale, ma ricercata proprio perché in grado di sopportare elevate temperature e cicli di lavorazione ripetuti.

Tale informazione congiunta con il rilevamento, mediante microanalisi EDS, di piombo metallico e considerando che il terreno su cui è stato ritrovato ha una composizione completamente diversa, porta a considerare il frammento quale costituente di una fornace per l'estrazione del piombo, appositamente realizzata mediante assemblaggio di pietre refrattarie.

CAMPIONE N. 00

Provenienza: Miniera di Aouam-Colasco

Il campione in esame consiste in un frammento di tuyere molto ben conservato, senza evidenze di forma di alterazione.

All'esame autoptico si evidenzia che due strati distinti compongono la tuyère: una interna grigiastra, e una esterna rossastra generata dalla combustione, Fig.1.

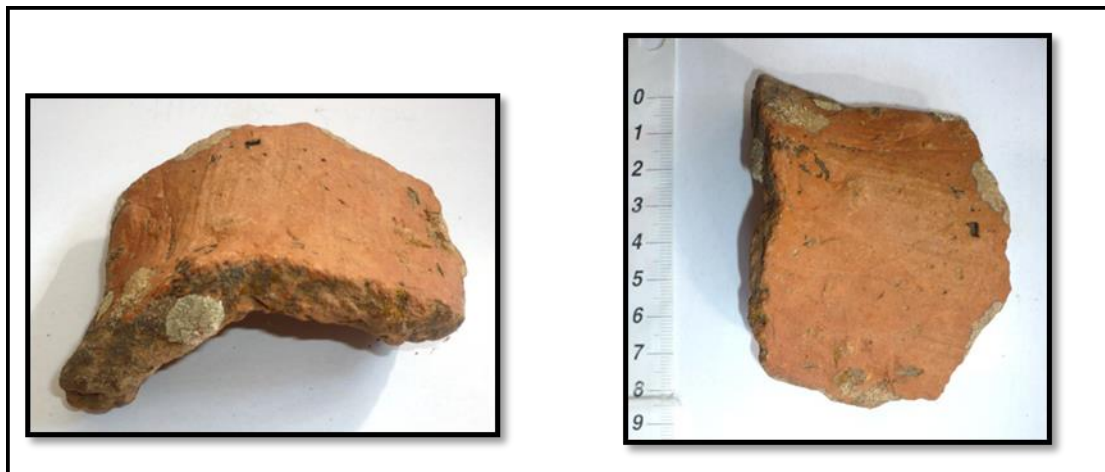


Fig. 1 Frammento di tuyere (campione 00), a destra parete esterna e bordo, a sinistra parete esterna.

A causa delle diverse condizioni di cottura il campione in esame presenta la tipica struttura detta “a sandwich” con uno strato esterno e uno strato interno di colore diverso. Il colore rosso della parte esterna è dato dalla formazione dell'ossido di ferro (ematite) per forte riscaldamento in ambiente ossidante.

Dall'osservazione micromorfologica è risultato che i segni presenti all'interno del frammento derivano dalla pressione di arbusti che in fase di produzione della tuyère servivano da sostegno alla struttura. Gli arbusti infatti, venivano collocati all'interno della tuyère cruda, ne rimangono le impronte visibili nella foto di Fig.2 di foglie riconducibili a quelle del giunco.



Fig. 2 parte interna a con evidenza delle impronte di specie vegetali.

Le caratteristiche descritte inducono a ritenere che la *tuyère* sia stata realizzata su un fascio vegetale e lasciata essiccare (formazione del biscotto) senza una cottura che ne avrebbe uniformato il colore e la consistenza. Il suo utilizzo in un punto vicino alla fonte di calore ne giustifica il colore della superficie esterna per ossidazione alle alte temperature.

Nella sezione sottile del frammento si evidenzia la matrice disomogenea nel colore da rossiccio a bruno scuro, la presenza di inclusi di varia natura, quali quarzo, selce e arenaria quarzosa, Fig. 3.

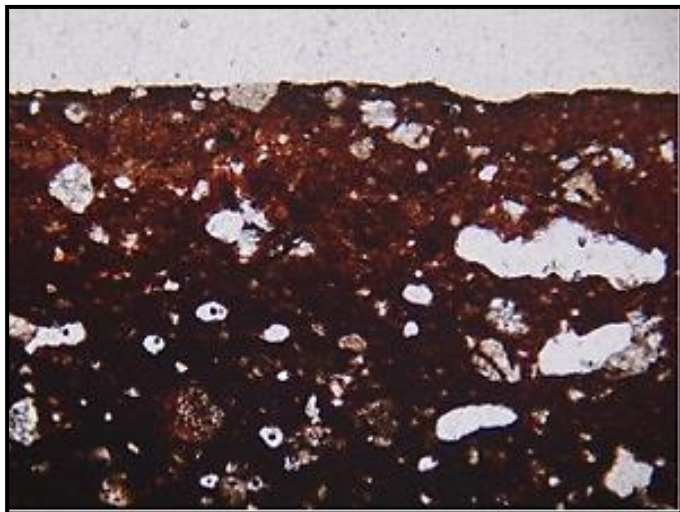


Fig.3 Sezione sottile dello spessore della tuyere.

Il frammento di *tuyère* osservato in sezione sottile ha mostrato la presenza di numerose scorie basaltiche. Dato che il basalto è una roccia caratterizzata da un'elevata temperatura di fusione (1500°C-1700°C), si può ipotizzare che l'aggiunta di tale materiale quale smagrante avesse la funzione di aumentare la resistenza meccanica al calore dell'impasto. Inoltre, non è stata osservata alcuna struttura vetrificata o parzialmente vetrificata, né segni di contatto con il fuoco, pertanto supponiamo che si tratti della porzione terminale da cui veniva immessa l'aria e non la porzione a contatto con la parete della fornace.

L'analisi composizionale effettuata mediante EDS, Fig.4, mostra per il campione una prevalenza di Si (19.2%) e Al (10.4%), quale componente secondario è presente Fe (4.4%).

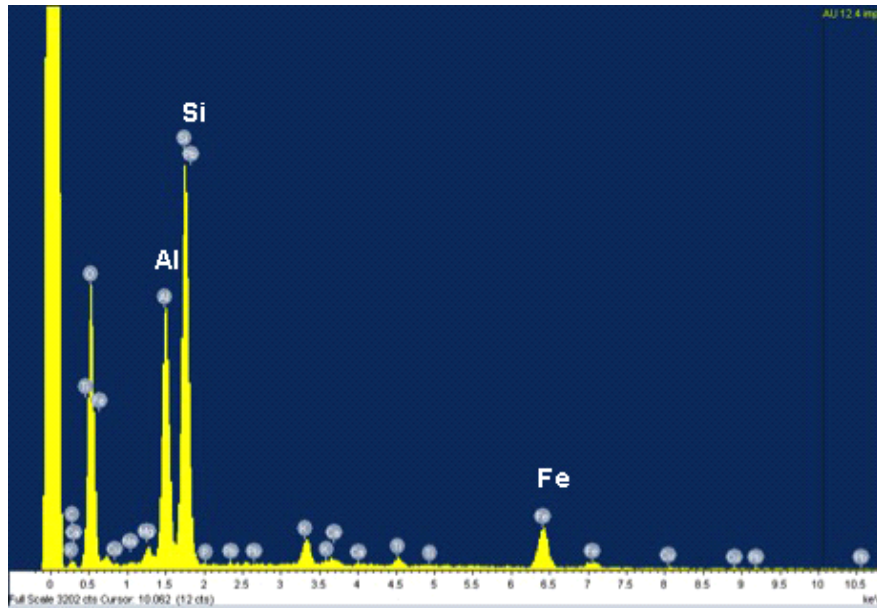


Fig.4 Spettro EDS dell'impasto della tuyere con indicati gli elementi maggioritari.

L'analisi EDS del rivestimento presente sul campione rileva quali componenti principali Si (40.1%) Al (39.9%) e Fe (12.6%). L'elevata percentuale di ferro è riconducibile alla presenza come sesquiossido che giustifica il colore rosso più intenso rispetto al corpo ceramico.

L'analisi termica (TGA) sul campione è stata condotta sia sullo strato esterno (rosso) che su quello interno (bruno), Fig. 5.

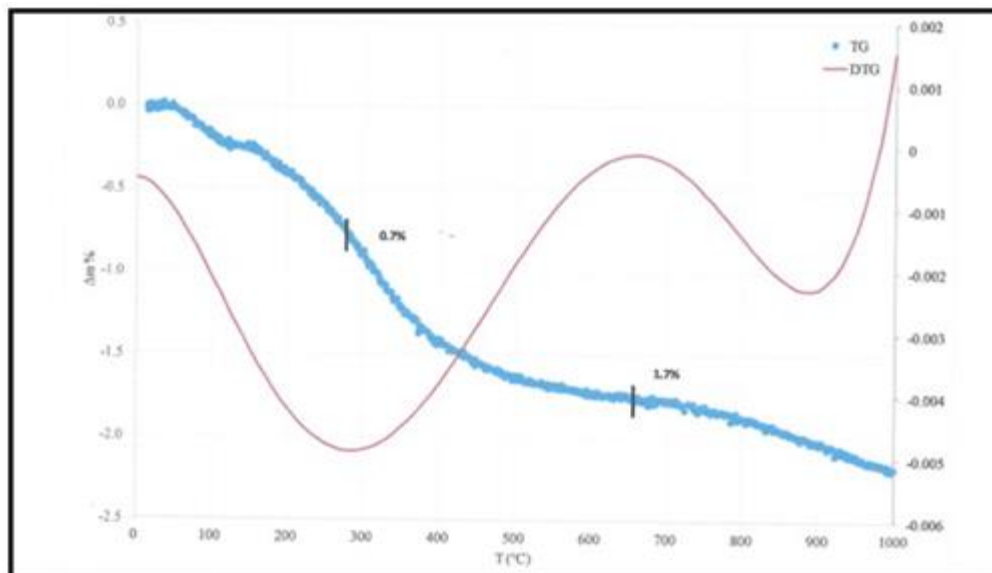


Fig.5 Spettro dell'analisi termica con la curva TG e sua derivata DTG dell'impasto della tuyere.

Per entrambi gli strati si osservano due flessi oltre la iniziale perdita di massa dovuta alla perdita igroscopica di acqua, un primo flesso fino a 280°C circa che corrisponde alla perdita di massa percentuale dovuta all'evaporazione dell'acqua adsorbita e un secondo tra 280°C circa e 650°C legato a ulteriore deidratazione del campione.

La perdita di massa percentuale totale per il campione è 2.2% circa.

Per lo strato interno il primo flesso si ha a 300°C, per lo strato esterno a 200°C, in tutti e due i casi tale perdita in peso è dovuta all'acqua adsorbita dal campione. Il secondo flesso è per l'interno tra 300°C e 700°C, per l'esterno tra 200°C e 650°C dovuto alla perdita dell'acqua reticolare, cioè legata al reticolo cristallino dell'argilla. A conferma della sua non cottura in fornaci. Questi valori confermano che la tuyère non era stata cotta prima del suo uso, ma solo essiccata.

La perdita di massa percentuale totale per lo strato interno è di 1.3%; per lo strato esterno invece, è 3.7%.

Questo campione, mostra una perdita di massa maggiore per lo strato esterno, cioè quello rosso. La maggiore perdita in peso può in tal caso essere collegata alla presenza di ossidi idrati di ferro che perdono la loro acqua di costituzione. La stratificazione può spiegare una modalità di lavorazione, con un cambiamento nelle condizioni della fornace durante la cottura che è iniziata in atmosfera ossidante, ricca di ossigeno ed è terminata in un'atmosfera riducente determinando la formazione nello strato interno non di Fe₂O₃ che impartisce colorazione rossa, ma di FeO che impartisce colorazione nera. Tale peculiarità potrà, in seguito ad altre analisi, diventare un marker diagnostico per l'individuazione di prodotti di una stessa bottega. La temperatura, quale misura della quantità di energia assorbita, permette anche variazioni di morfologia con l'allontanamento di gas o materiale a bassa tensione di vapore, che permettono di realizzare materiali più o meno porosi, e quindi giocare sulla permeabilità dell'impasto ceramico.

In Fig. 6, 7 e 8 sono mostrati diverse differenze nell'impasto: è presente una matrice di fondo rosso bruno, al centro della figura è visibile un grumo di argilla di colore diverso da quello del fondo. Potrebbe trattarsi di *bonbertz*, ovvero ceramica cotta macinata aggiunta per incrementare il potere refrattario. Pertanto sembrerebbe che l'impasto sia stato realizzato con tipi diversi di argille poco omogeneizzate durante la lavorazione, come riportato da P. Quinn in *Ceramic Petrography*. Tale procedura era utilizzata già dalla preistoria.

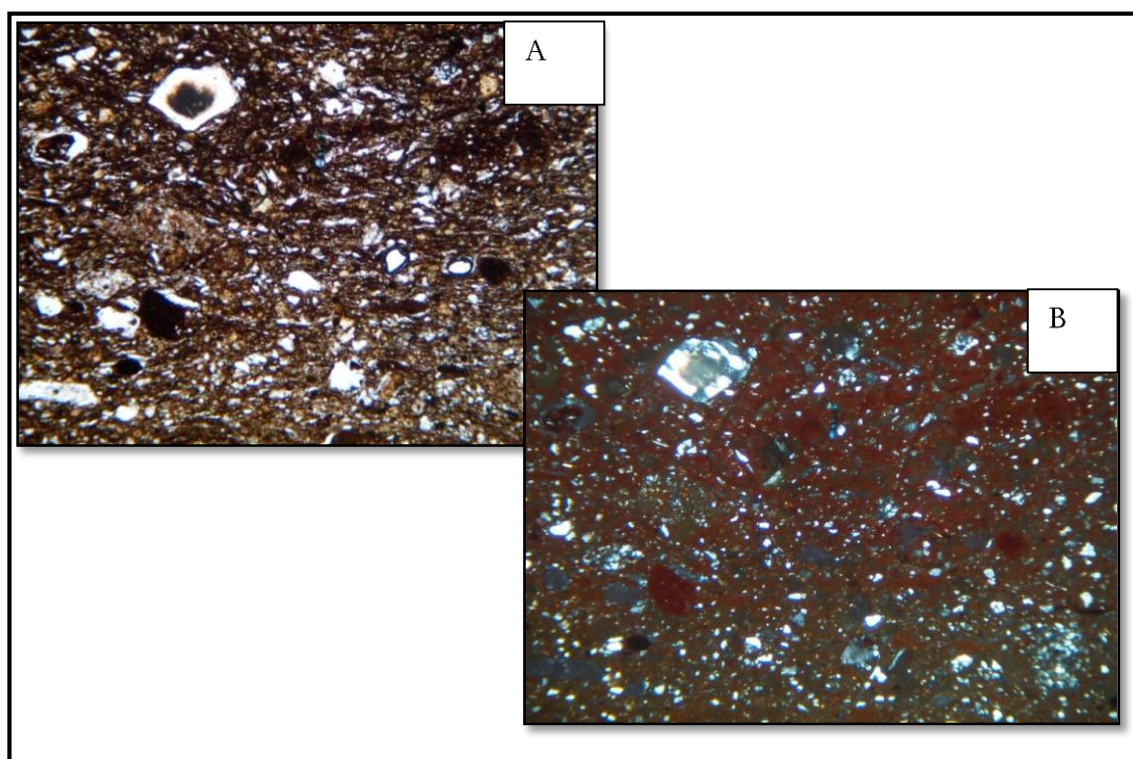


Fig. 6: Esame petrografico della struttura 40x - nicols paralleli (A) e incrociati (B)

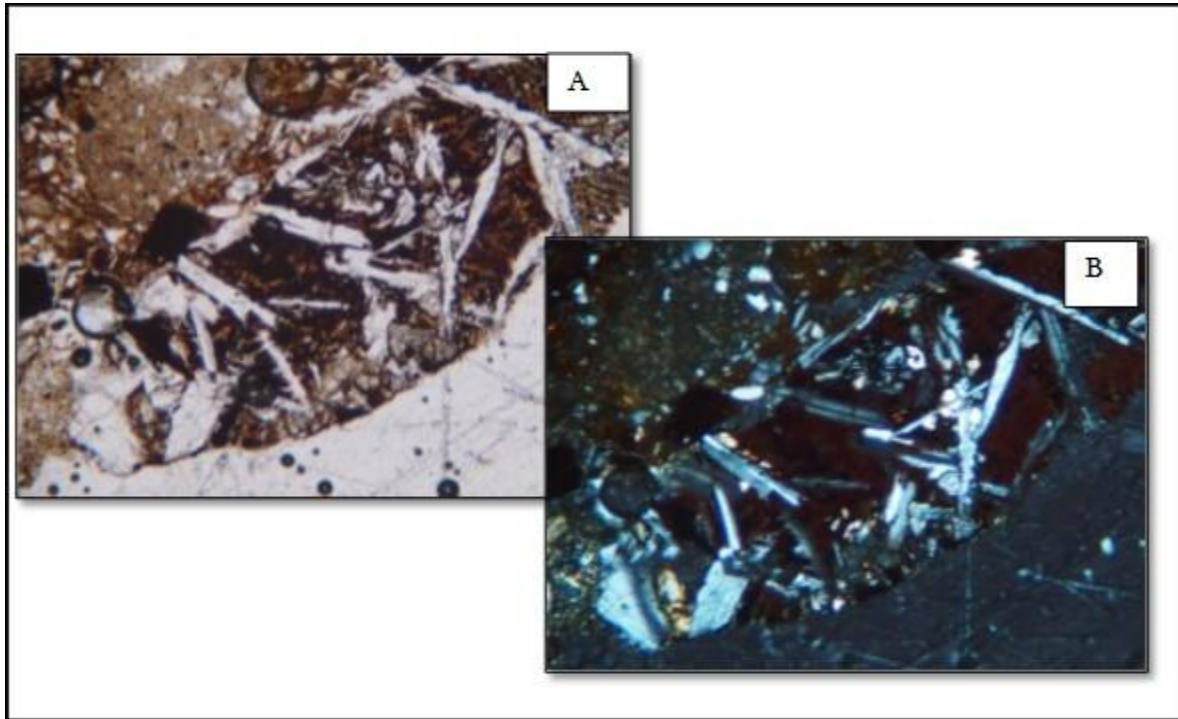


Fig. 7: struttura basaltica 100x - nicols paralleli (A) e incrociati (B)

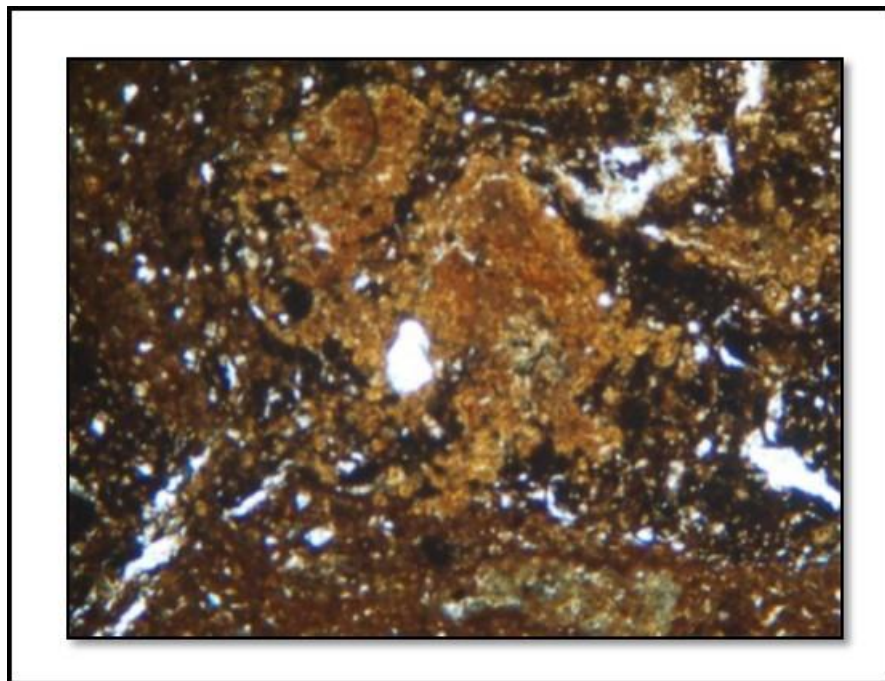


Fig. 8 Particolare dell'impasto 40x - nicols paralleli

Altro dato importante emerso dall'analisi petrografica è la frequenza di scorie di tipo basaltico nell'impasto. Si può supporre che l'aggiunta di rocce di questo tipo non sia stata casuale. Il basalto infatti, ha una temperatura di fusione molto alta (1400°C) e dato che l'impasto era destinato alla realizzazione di una tuyère, ben si prestava a sopportare elevate temperature e cicli di lavorazione ripetuti.

CAMPIONE N. 52c

Provenienza: Miniera di Aouam-dallo scavo della fortezza

Scoria dalla miniera di Aouam di colore nero-grigio con parti aranciate e aspetto spugnoso (Fig. 1). Contiene frammenti di materiale organico.



Fig. 1. Scoria dalla fortezza Aouam denominato campione 52c

Scoria rinvenuta nell'US 212, durante gli scavi del 2015, svolti in prossimità della porta meridionale.

Utilizzando la stessa metodologia impiegata per tutte le scorie raccolte, anche in questo caso si è utilizzata la tecnica SEM per indagare ogni parte del campione, a diversi ingrandimenti.

Nel campione 52c la particolarità più rilevante è stata la presenza di un frammento di tessuto organico che è stato analizzato con particolare attenzione (Fig. 2, 3).

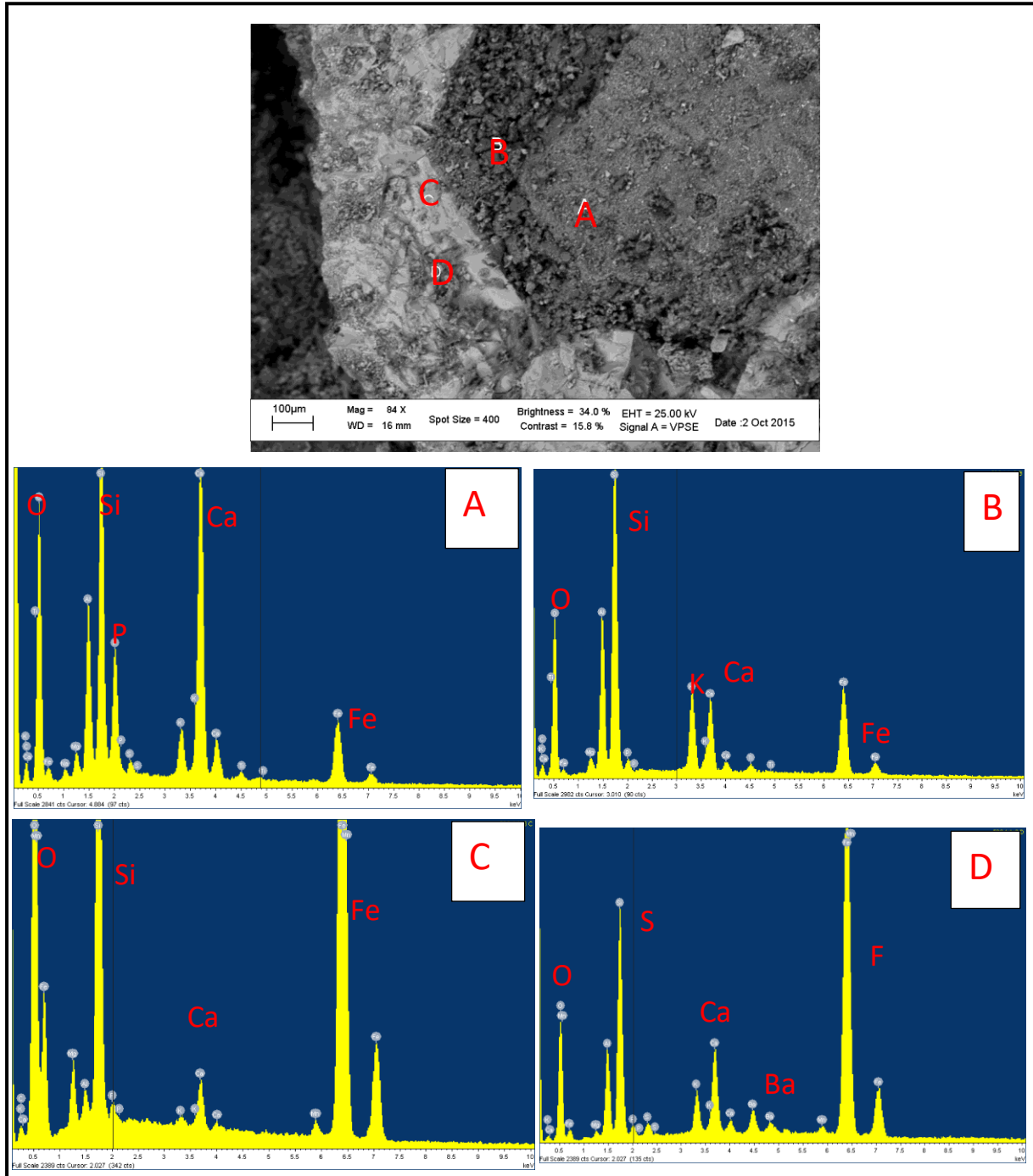


Fig. 2. Diverse morfologie rappresentate nell'immagine SEM con i rispettivi spettri EDS.

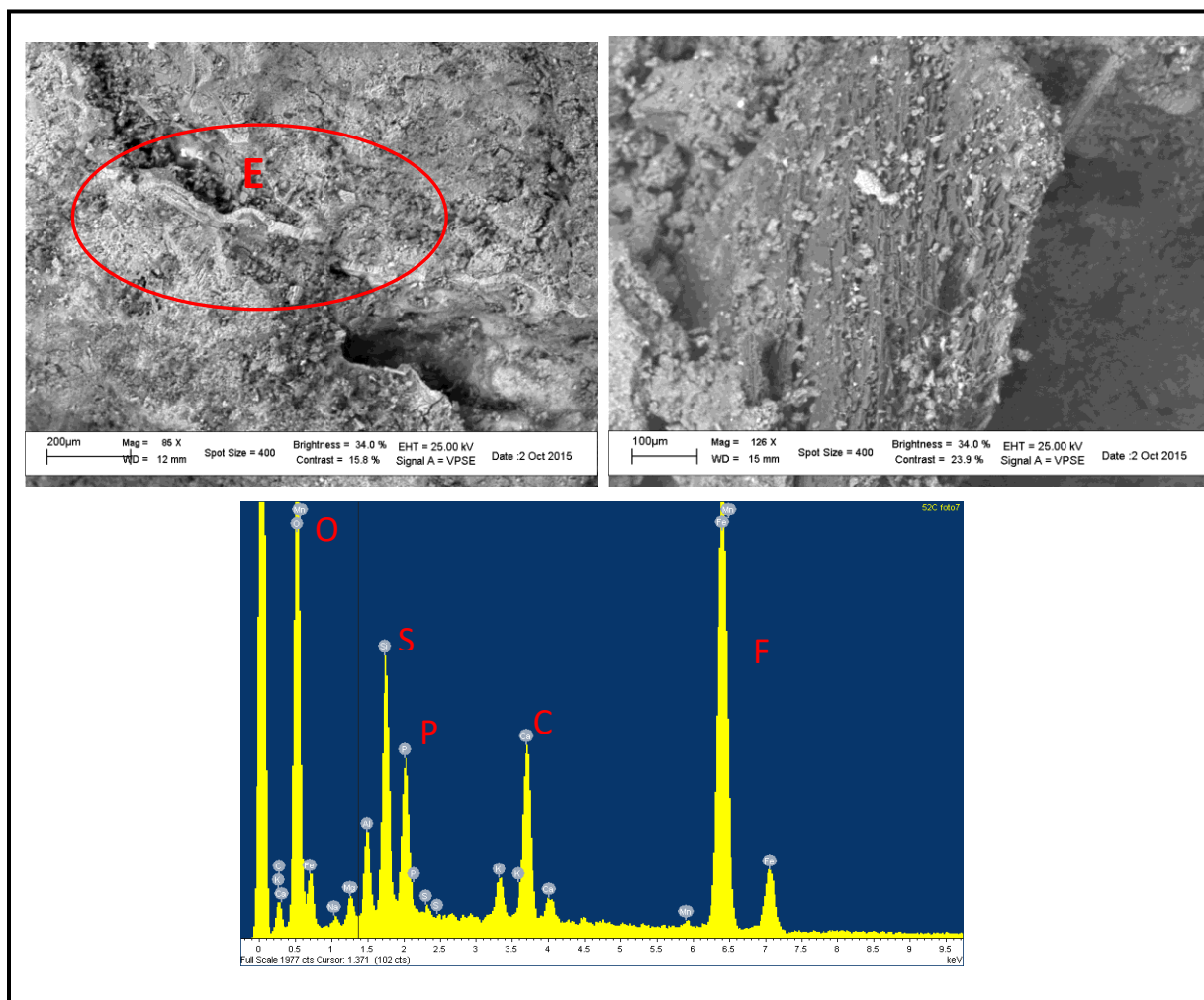


Fig. 3. Particolare dell'area con il frammento di tessuto organico nell'immagine SEM a sinistra e un suo ingrandimento in quella di destra. Lo spettro EDS è riferito al particolare a contrasto chiaro nell'area denominata E.

La valutazione della abbondanza in termini quantitativi degli elementi individuati con l'analisi EDS (Tab. I) consente una miglior interpretazione della scoria.

Tab. I Valori quantitativi in wt% + 0.2 delle parti del campione 52c analizzate mediante EDS

Spettro	C	Mg	Al	Si	P	S	K	Ca	Fe	Mn	Ba	O
A	13.6	0.8	4.0	7.6	3.1	0.3	1.1	7.4	3.5	-	-	58.0
B	14.8	0.6	4.7	9.6	0.5	-	2.3	2.2	6.0	-	-	59.0
C	10.2	1.8	0.6	10.2	0.3	-	0.1	0.7	26.6	-	-	50.0
D	-	0.6	5.4	12.2	0.7	0.6	1.8	3.8	36.9	0.6	3.4	34.0
E	12.9	0.8	1.9	4.7	3.1	0.2	0.7	3.2	18.7	0.2		53.2

Dalle analisi si riscontra la presenza di fosfato e calcio riconducibile ad una delle fasi dell'apatite ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3[\text{F}, \text{OH}, \text{Cl}]$). Si riscontra anche una quantità non trascurabile di zolfo e altri elementi, quali silicio, potassio e alluminio, pertinenti a un terreno in prevalenza sabbioso. Per le caratteristiche morfologiche, strutturali e chimiche rilevate dalle analisi di laboratorio, è possibile dare una classificazione per le scorie 54, 19 e 52 nella tipologia di “speiss” particolarmente specifica per le scorie riferite alla estrazione del piombo e talvolta anche del rame. È in uso, nella terminologia legata alla metallurgia, associare il termine “speiss” a quello di “pseudo metalli” che sono il prodotto di smelting di minerali complessi. Poiché la gravità degli speiss (generalmente composta da metalli tra i quali il principale è il ferro insieme a Ni, Zn, Sn, As, Cu per citare i maggioritari) è alta, è facile ritrovarli nelle scorie nelle strutture termodinamicamente più stabili. In questa come in molte altre scorie, a prescindere dal tipo, sono stati individuati alcuni frammenti che per morfologia, struttura e composizione possono essere classificati come ossa: Ca, P (fosforo) + O = fosfato di calcio. L'aggiunta di osso serviva per aumentare la viscosità del metallo, quindi la sua fluidità per aumentarne la facilità di estrazione.

Questo può essere utile per riconoscere un elemento tecnologico del procedimento. Inoltre ritrovare una struttura scheletrica, indica una non distruzione del fosfato di calcio, quindi una temperatura non superiore ai 900°C, ovvero un altro dato importante per la comprensione dell'avanzamento delle conoscenze tecnologiche.

Da tali osservazioni è possibile ipotizzare che la scoria si sia formata nella fase di smelting, ma non nella zona del forno dove la temperatura è più elevata.

CAMPIONE N. 54 AU

Provenienza: Miniera di Aouam-Scavo della fortezza

La scoria (Fig. 1) proveniente dallo strato US 214 dello scavo 2015 condotto a ridosso della porta meridionale; ha un aspetto compatto con rivestimento terroso e presenza di macro cristalli ben visibili. Il colore è grigio-giallo.



Fig. 1. Scoria dall'area della fortezza di Aouam denominata campione 54.

Il campione è stato analizzato tramite strumentazione SEM-EDS, dopo essere stato sottoposto alla pulizia della terra superficiale, nelle sue diverse morfologie (Fig. 2).

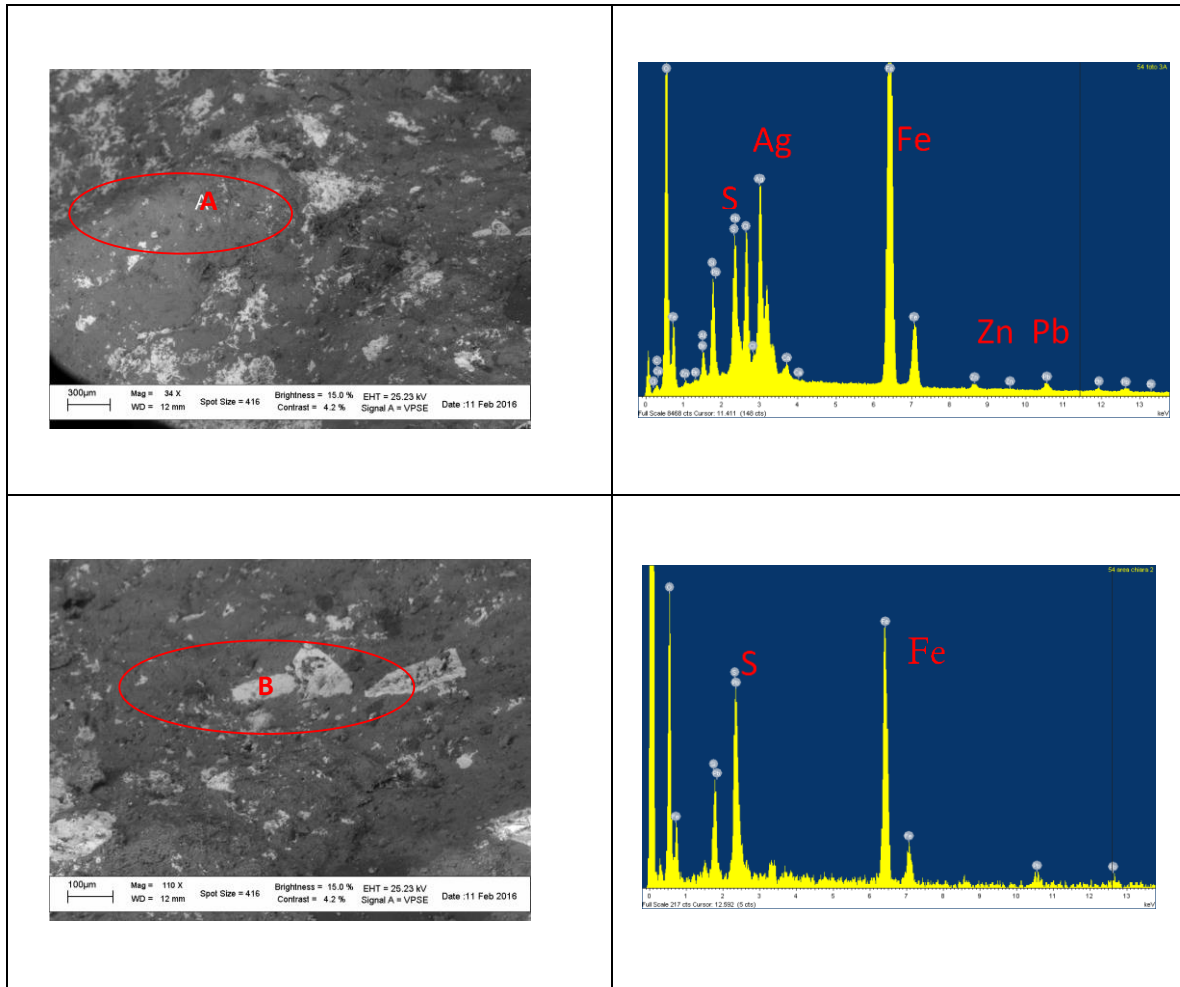


Fig. 2. Due aree, A e B, del campione con contrasto di numero atomico visibile nella immagine SEM in elettroni retrodiffusi e relativi spettri EDS

Dalle intensità dei picchi negli spettri EDS si ricavano i valori quantitativi degli elementi riportati in Tab. I.

Tab. I Valori in percentuale in peso ($wt\% \pm 0.2$) degli elementi rilevati negli spettri EDS di Fig. 2

	O	Ca	Al	Si	Pb	S	Zn	Fe	Mn	Ag
A	46.5	0.3	0.5	2.8	3.0	2.5	0.6	28.1	-	11.4
B	50.2	-	-	4.7	9.3	6.6	-	29.9	-	-

Dalle analisi si riscontra presenza preponderante di argento in una fase della scoria, con scarse quantità di piombo e zinco, mentre nell'altra prevale il ferro. Si può ipotizzare, vista la presenza di zolfo, che il campione non sia stato sottoposto a trattamento termico; in alternativa, se fosse pertinente alla prima fase di roasting del minerale, si deve considerare che la sua posizione doveva essere lontana dalla fonte di calore.

Per comprendere questa scoria bisogna fare una premessa di tipo geologico.

Geologicamente il sito è caratterizzato da:

- mineralizzazioni di granito
- mineralizzazione polimetallifera
- oro associato a quarzo e solfuri
- tungsteno in forma di scheelite ($Ca (WO_4)$) e wolframite ($(Fe, Mn) WO_4$)

Il filone da cui era estratta e quindi sfruttata la galena argentifera (PbS) presenta associate mineralizzazioni a blenda (ZnS), pirite (FeS), cerussite ($PbCO_3$) e ossidi di Pb.

Analisi alla diffrazione di raggi X (XRD) Fig. 3, indica la presenza di hematite (Fe_2O_3) e del quarzo (SiO_2).

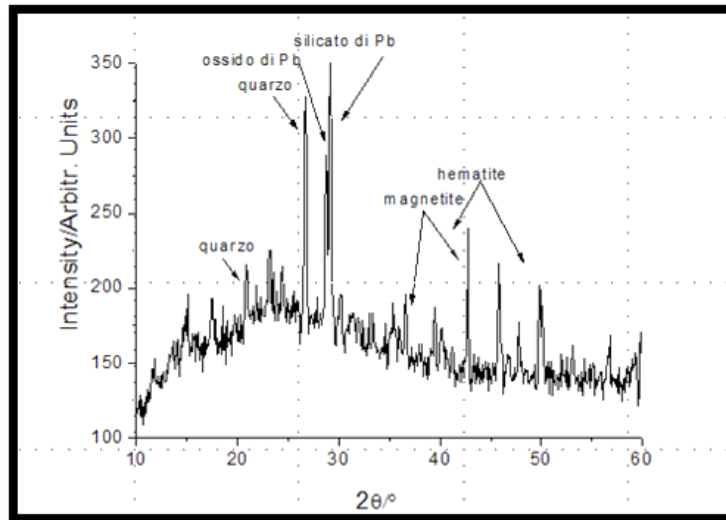


Fig. 3 Analisi diffrattometrica di polveri.

Tali specie mineralogiche, potrebbero essere riferite a ganga cioè resti di un trattamento non completo del minerale ai fini dell'estrazione del metallo. A maggior supporto di questa ipotesi si osserva che la presenza di magnetite indica un'interruzione brusca del processo. La scoria, per quanto riscontrato e analizzato, si potrebbe collocare nel processo di roasting del minerale del piombo.

CAMPIONE N. 31 AU (US2)

Provenienza: Miniera di Aouam-scavo della fortezza

3 frammenti di scoria, tutti di colore nero, aspetto compatto e tutti molto leggeri. Le scorie sono state raccolte nell'area nello scavo della fortezza di Aouam nello scavo del 2014 in prossimità dell'angolo tra le mura della cittadella e le mura urbiche. (Fig. 1).



Fig. 1. Frammenti di scoria denominati campione 31.

I tre frammenti sono stati analizzati al SEM-EDS in diverse aree. I risultati della composizione delle aree analizzate con riferimento agli elementi più rappresentativi, sono riassunti in Tab. I.

Tab. I Valori quantitativi degli elementi ottenuti con analisi EDS in wt% ± 0.2 .

	O	Mg	Al	Si	Mn	K	Ca	Fe	Ti	Zn	Pb	As	Ba	P
1	56.4	0.6	9.3	24.8	-	6.8	0.4	1.4	0.2		-	-	-	-
2	32.8	-	3.3	4.3	-	1.8	0.6	1.0	-		56.0	-	-	-
3	52.8	4.7	8.9	16.6		3.4	0.9	12.0	0.4	0.4	-	-	-	-
4	16.8	-	0.7	5.5	2.5	-	2.3	7.3		0.8	55.6	1.3	5.0	2.2
5	20.4	-	1.3	5.9	1.3	0.6	1.3	6.6		2.1	44.0	1.8	13.3	1.5

Dalle analisi EDS di Tab. I è possibile verificare che nei primi 2 frammenti (partendo da sinistra nella foto di Fig. 1) ai quali corrispondono gli spettri 1, 2, 3, si individua la presenza dell'alluminio, del silicio e del piombo; mentre nell'ultimo frammento, al quale corrispondono gli spettri 4 e 5, oltre al piombo si ha la presenza del fosforo (P) e del calcio (Ca) in un rapporto costante di 1:1. Si può, quindi, ipotizzare che i tre minuscoli frammenti siano il residuo di un materiale sottoposto a smelting con una buona resa nella quantità del piombo.

CAMPIONE N. 55 AU

Provenienza: Miniera di Aouam-Fortezza

Frammento da Aouam, pertinente alla base di una fossa di fusione, di colore nero-rossiccio e aspetto terroso-spugnoso (Fig. 1).



Fig. 1. frammento da Aouam denominato campione 55

Osservando il campione al SEM-EDS sono stati individuate strutture ben formate con abito cristallino caratteristico (Fig. 2, 3).

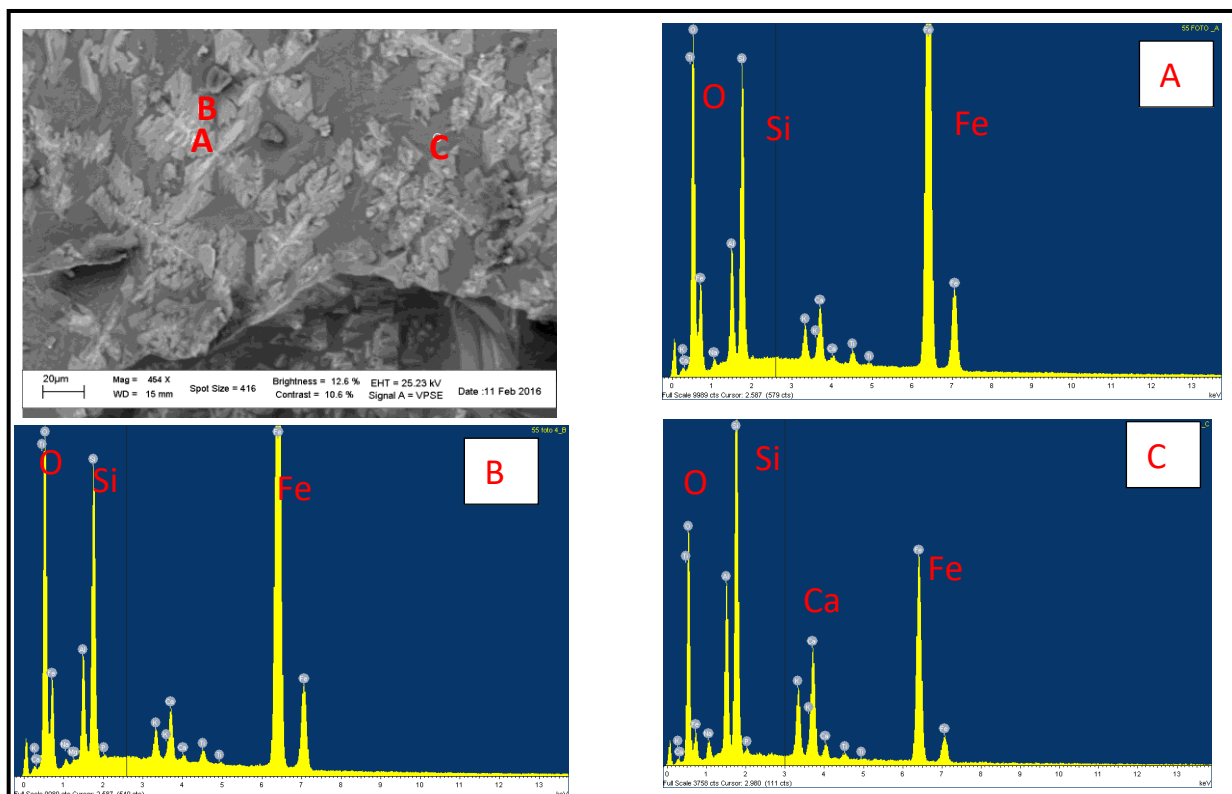


Fig. 2. Immagine SEM di un'area del campione con evidenti formazioni dendritiche di wustite in copresenza con fayalite, come confermato dagli spettri relativi alle aree contrassegnate

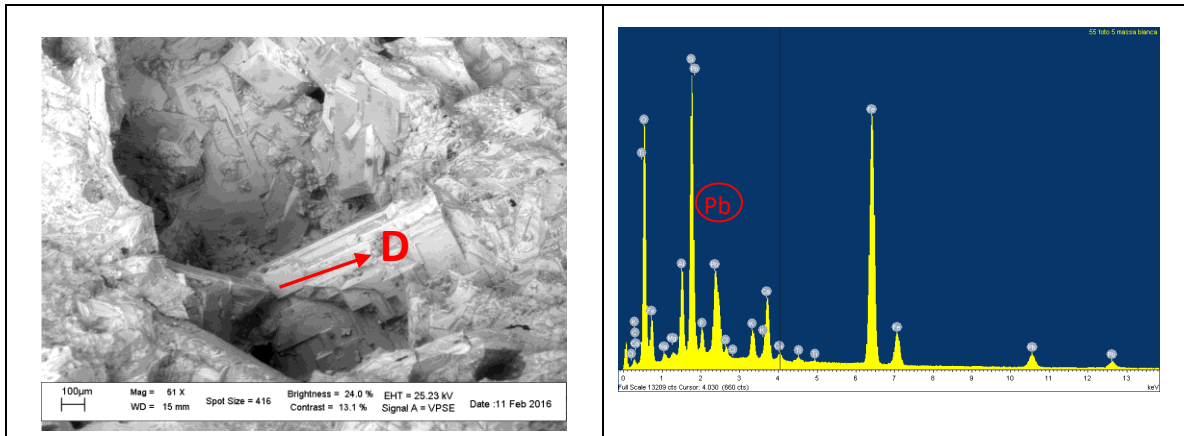


Fig. 3. L'immagine SEM permette di evidenziare un cristallo di grandi dimensioni, con abito cubico, distinto come piombo nell'analisi EDS.

In Tab. I sono riportati i valori quantitativi delle specie chimiche individuate nell'analisi EDS, dove si notano i rapporti costanti tra Si, O e Fe, tipici della presenza di wustite e di fayalite.

Tab. I Percentuali in peso (wt% ± 0.2) degli elementi ottenuti dall'analisi EDS delle aree indicate in Fig. 2 e 3

	O	Mg	Al	Si	S	K	Ca	Fe	Zn	Pb
A	37.8	-	4.8	11.4	-	-	1.7	44.3	-	-
B	38.1	-	4.6	11.0	-	-	1.6	44.5	-	-
C	46.4	-	8.7	18.7	-	-	5.1	20.7	-	-
D	44.0	-	4.4	12.7	-	-	2.9	24.2	-	10.0

Come si vede bene nell'immagine SEM (Fig. 2) e si deduce dai rispettivi spettri risulta evidente la presenza di wustite, come ossido di ferro, ma l'abbondanza del silicio indica che ci potrebbe essere anche la concomitante presenza di fayalite. Molto probabilmente ci troviamo nella fase finale dello smelting e poiché solo in un punto del campione sono evidenti cristalli ben formati di piombo. Le osservazioni di fasi cristalline regolari di grandi dimensioni, inoltre, inducono a ipotizzare un processo di raffreddamento lento.

CAMPIONI 1-3 e E-F AOUAM

Le cinque scorie, le cui indagini al SEM-EDS sono riportate di seguito, sono state campionate nell'area della fortezza di Aouam e del filone del Signal, per un potenziale confronto con tre scorie raccolte nel sito di Volubilis. Le specifiche analisi, si riportano in questa sede perché svolte nello stesso laboratorio, del Dipartimento di Chimica dell'Università Sapienza di Roma, di tutti gli altri campioni e perché i dati ottenuti sono confrontati nel compendio del paragrafo 3.5.

CAMPIONE AOUAM 1

La superficie esterna è marrone scuro, l'area della frattura mostra una superficie nera vetrosa con pori Fig.1.



Fig.1 Campione selezionato dalle scorie di Aouam denominato Aouam 1.

Con lo stesso protocollo analitico applicato a tutti i campioni analizzati in questo studio, ogni immagine SEM descrive le peculiarità della scoria in superficie e/o nella superficie di frattura, che consente l'osservazione del suo interno. Tutti i risultati EDS nelle tabelle sono intesi come % in peso ($\text{wt}\% \pm 0.2$).

Nella Fig.2, l'immagine SEM permette di identificare la struttura della fayalite, la presenza di porosità è probabilmente dovuta degassamento delle scorie durante il processo piro-metallurgico ad alte temperature.

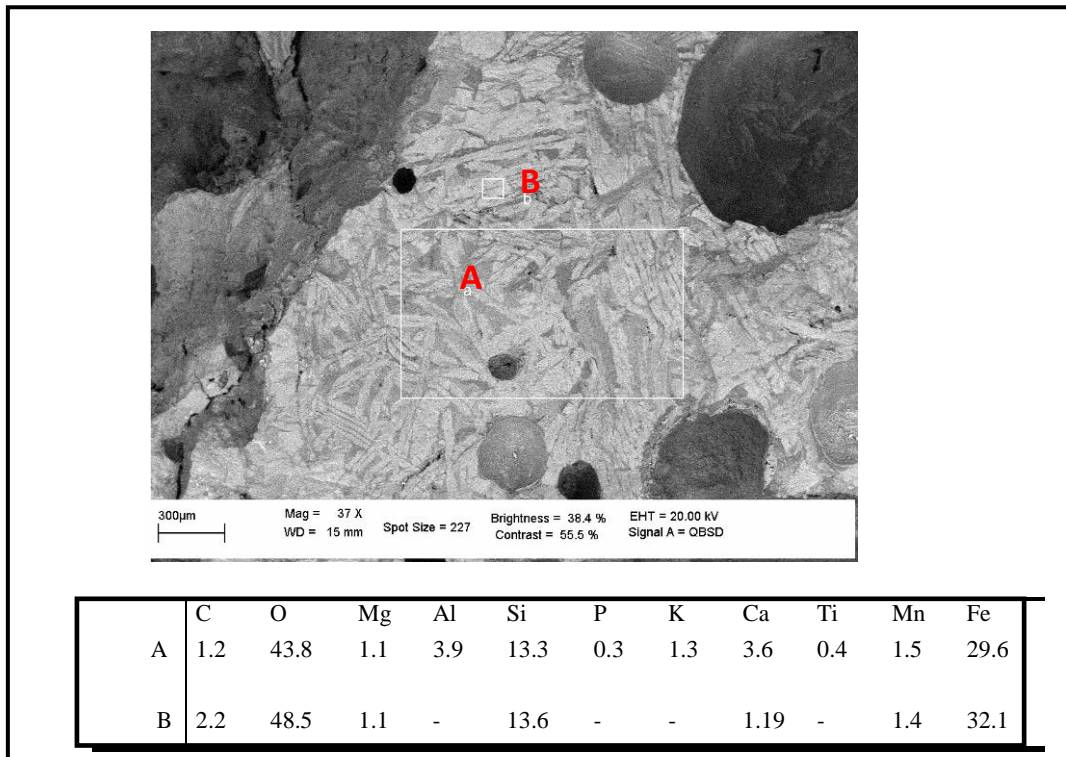


Fig.2 Evidenze strutturali nella parte di campione analizzato, e relative analisi SEM-EDS

Morfologie regolari sembrano suggerire la presenza di materiale organico vegetale. La presenza di calcio e fosforo porterebbe a suggerire un tessuto osseo aggiunto per abbassare la temperatura di fusione.

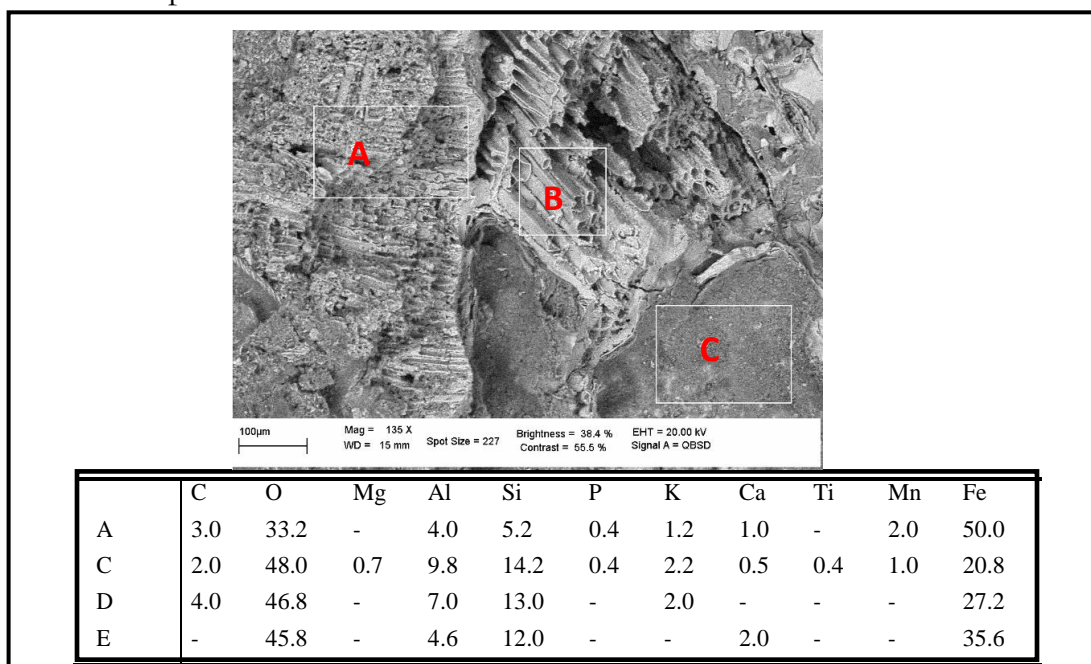


Fig.3 Particolari morfologie regolari nella parte di campione analizzato, e relative analisi SEM-EDS

In Fig.4, un'altra area del campione con morfologie e strutture completamente differenti dalle precedenti.

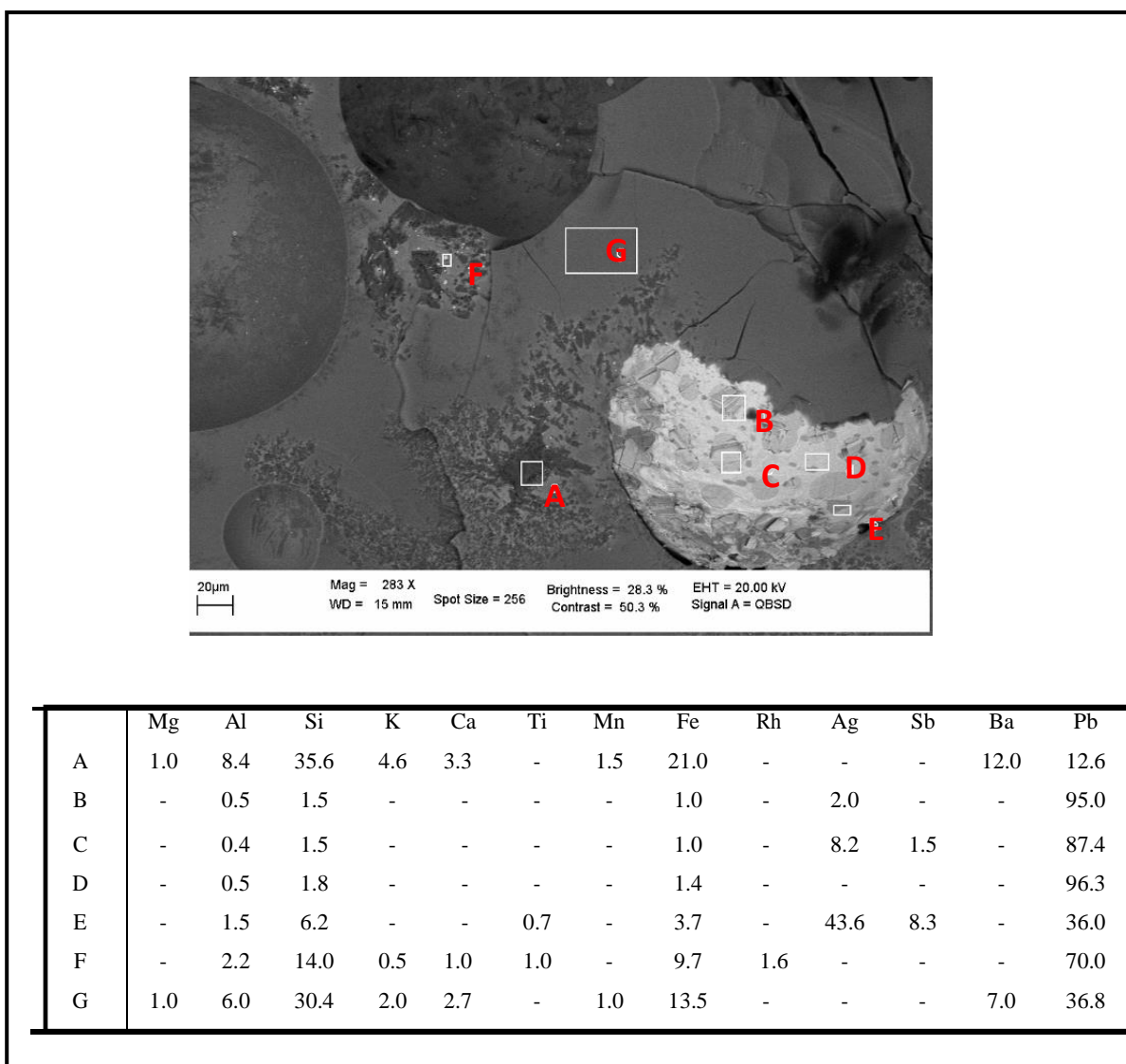


Fig.4 Significativo aspetto vetroso nella parte di campione analizzato, e relative analisi SEM-EDS

La scoria di *smelting* del piombo che presenta una matrice vetrosa con presenza di strutture fayalitiche e presenza di globuli di piombo e presenza di argento proveniente dalla galena argentifera. L'elevata presenza di bario è legata alla composizione di ganga della miniera di Aouam, molto ricca di barite. Il potassio (K), come gli altri elementi alcalini e alcalino terrosi, è stato utilizzato per abbassare la temperatura di fusione delle scorie.

CAMPIONE AOUAM 2

La scoria scelta, ha la superficie esterna di colore marrone scuro, l'area della frattura mostra una superficie nera vetrosa con porosità, Fig. 1.



Fig.1 Scoria da Aouam denominata campione Aouam 2

Evidenti indicazioni su un trattamento termico subito, sono state identificate con l'analisi Sem-EDS, Fig.2

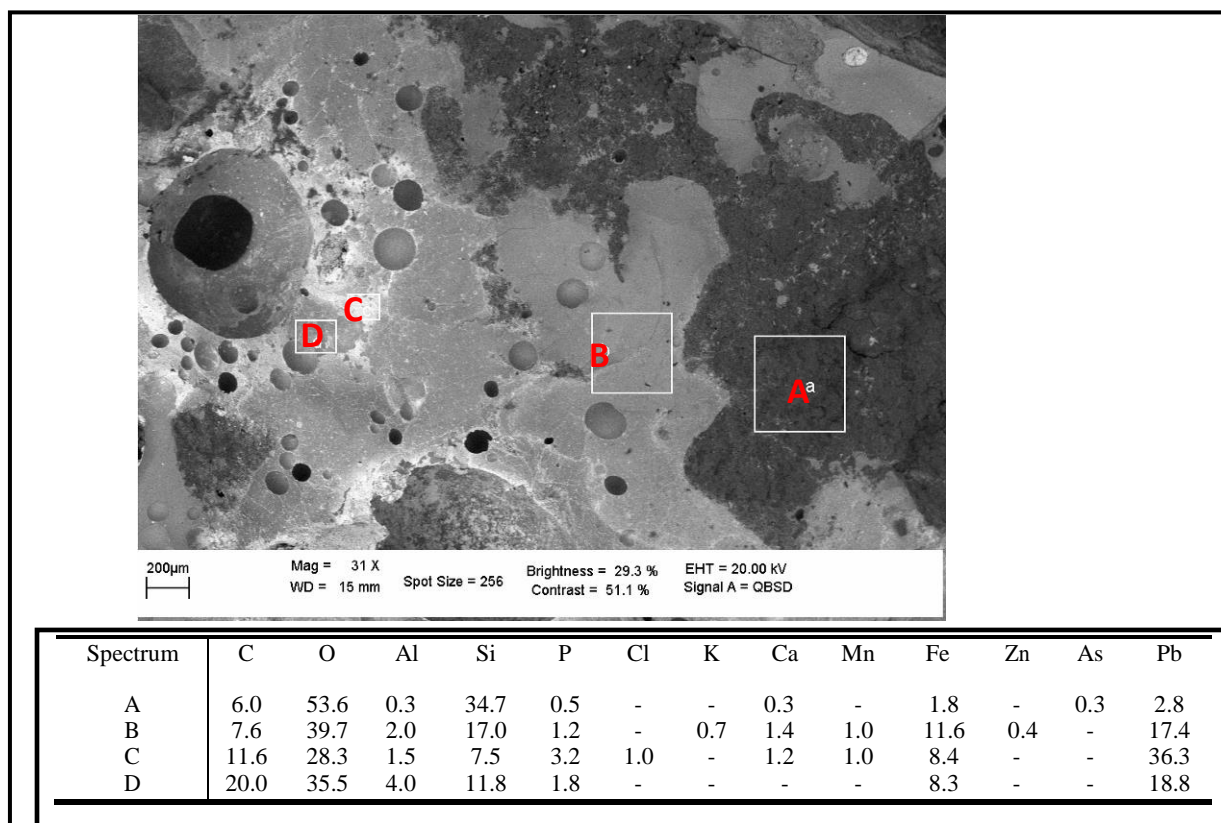


Fig.2 Differenti morfologie e strutture nella parte di campione analizzato, e relative analisi SEM-EDS

Le analisi EDS, in questo caso non hanno permesso una indicazione precisa delle diverse fasi presenti, ma solo dei componenti elementari utili però per l'indagine alla diffrazione di raggi X (XRD) che ha permesso di individuare: la matrice vetrosa con il silicato di piombo (B e D), le fasi ad alta temperatura della silice (cristobalite e tridimite) (A), e la separazione del piombo (C).

CAMPIONE AOUAM 3

La scoria, proveniente da Aouam presenta una superficie esterna bruno-rossastra, la zona di frattura presenta una superficie nera e molto porosa, Fig.1.



Fig. 1 Scoria da Aouam denominata campione Aouam 3

Strutture ben definite con alta cristallinità, sono osservabili nelle immagini SEM anche a bassi ingrandimenti, Figg. 2-4.

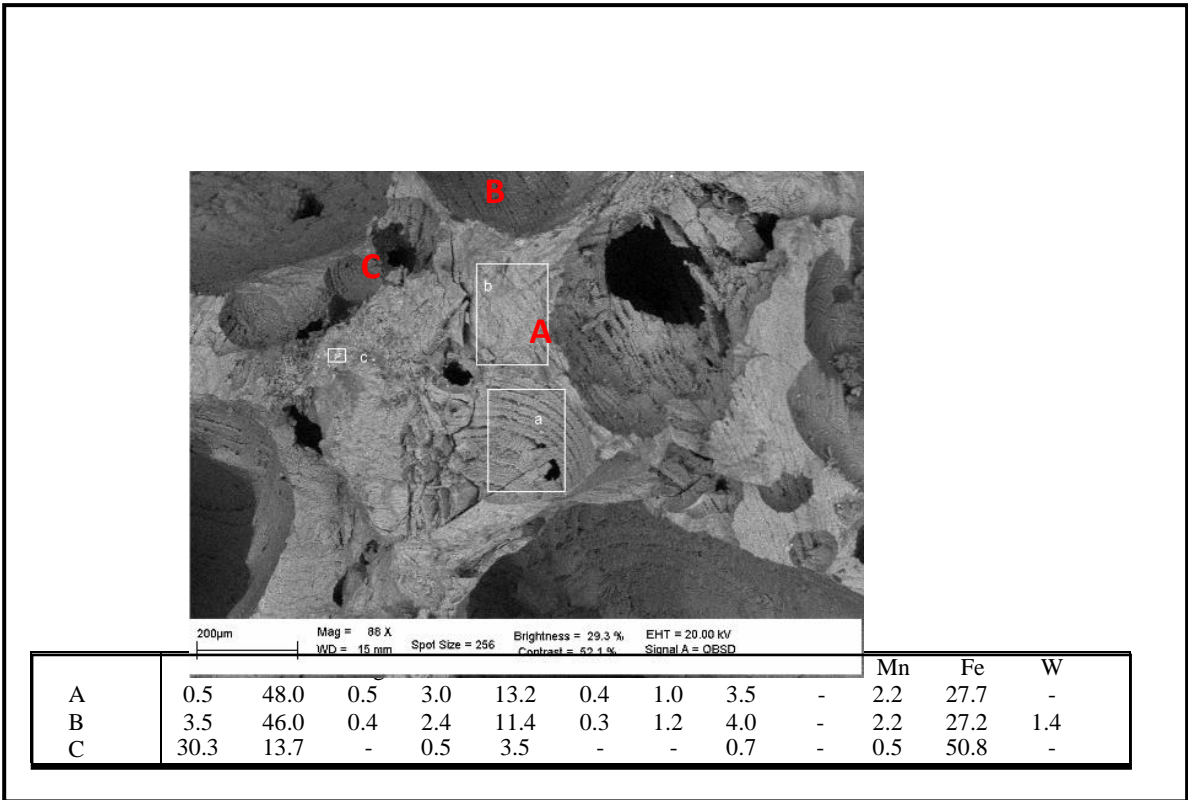


Fig. 2 Parte di una formazione cristallina e relative analisi EDS delle aree indicate nell'immagine SEM

L'uso del detector per gli elettroni retrodiffusi (QBSD) ha permesso di individuare parti con elementi ad alto numero atomico dal contrasto chiaro nell'immagine SEM, Fig.3.

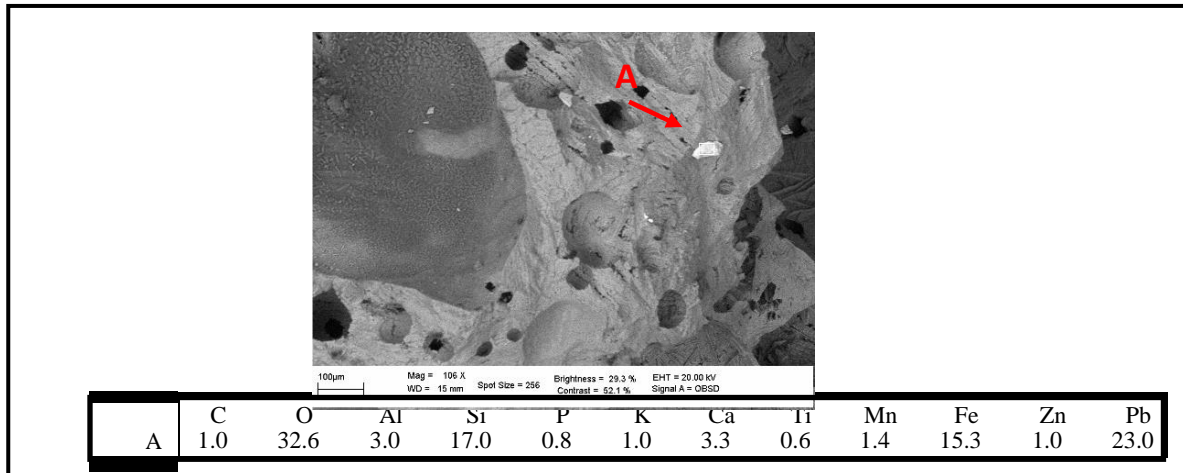


Fig. 3 Particella a contrasto chiaro con tra la formazione cristallina e relativa analisi EDS

Granuli a contrasto chiaro sono stati analizzati in EDS utilizzando la funzione per la selezione di aree dello stesso livello di grigio, Fig.4

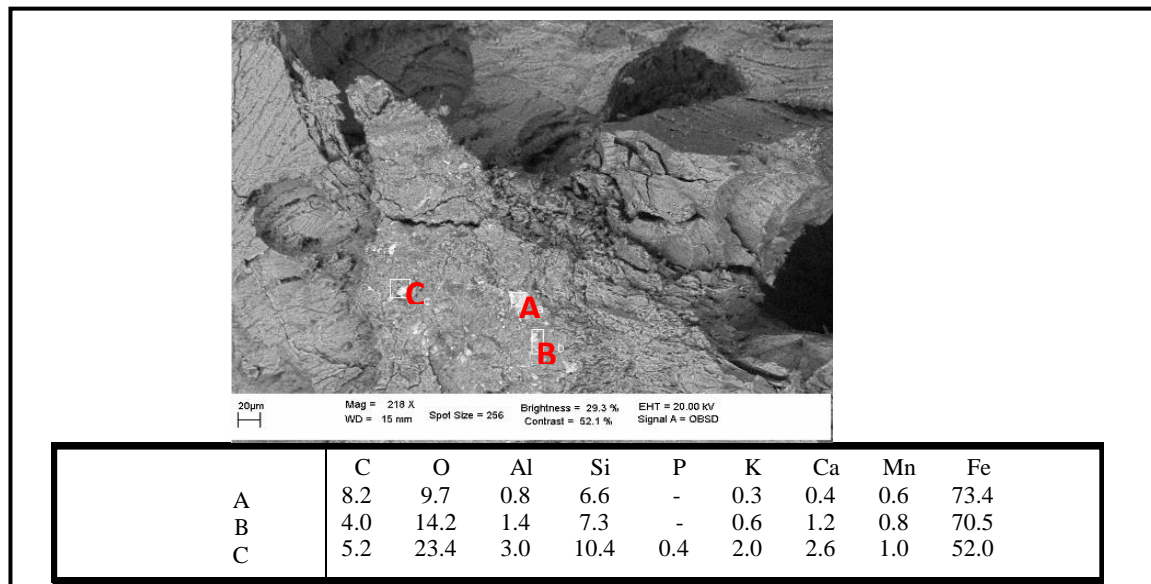
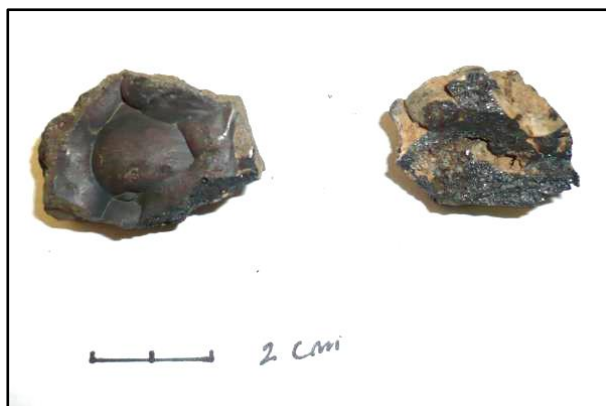


Fig. 4 Particelle di dimensioni variabili, a contrasto chiaro disperse in una matrice omogenea, e relativa analisi EDS.

La scoria di smelting del piombo, è totalmente composta da una cristallizzazione di fayalite, dove si trovano microparticelle di piombo. La presenza particelle di ferro indica un forte riscaldamento in atmosfera riducente nel forno.

CAMPIONE Slag E - Aouam

La scoria proveniente dal filone del Signal di Aouam è di colore nero con superficie liscia ma con ondulazioni, Fig.1



*Fig.1 Scoria denominata campione Slag E
Rappresentata nelle sue due superfici opposte*

Immagine SEM in elettroni retrodiffusi mettono in evidenza la prevalenza della struttura fayalitica e wustitica, quest'ultima in minore quantità, Fig. 2

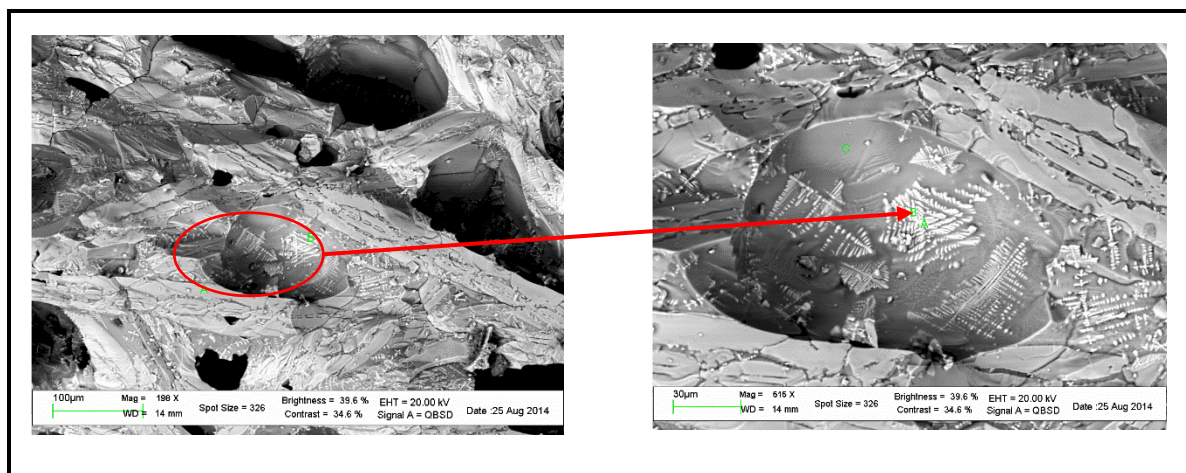


Fig.2 Immagine SEM di una parte del campione con presenza di strutture cristalline con a destra l'ingrandimento dell'area contrassegnata.

Un'area è stata sottoposta ad analisi EDS individuando le aree omogenee per composizione dall'uniformità della gradazione di contrasto di numero atomico nell'immagine SEM in retrodiffusi, Fig. 3.

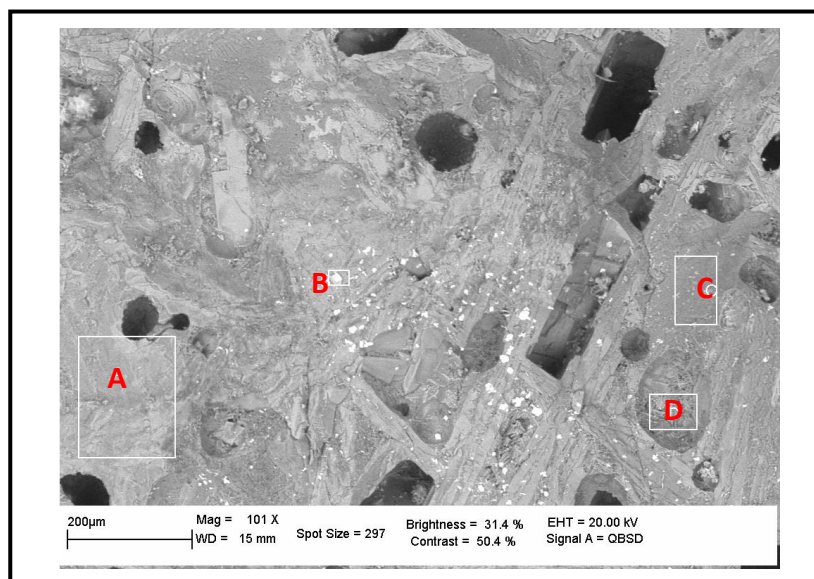


Fig.3 Immagine SEM con indicate le aree sottoposte ad un analisi EDS

In Tabella I sono riportati i valori quantitativi (wt% \pm 0.2) degli elementi riscontrati in EDS

Tab. I Valori quantitativi normalizzati a 100 ricavati dalle analisi EDS

	C	O	Mg	Al	Si	P	S	K	Ca	Ti	Mn	Fe	Ba	W
A	4.8	50.0	1.0	2.8	11.0	0.3	-	0.5	1.8	0.2	1.0	26.5	-	-
B	2.2	26.2	-	0.8	1.7	-	10.6	-	0.8	-	-	8.8	48.8	-
C	-	44.2	-	1.5	3.8	-	9.6	-	0.6	-	-	7.3	33.0	-
D	3.2	35.0	0.7	2.8	8.0	-	3.4	0.2	1.7	0.6	1.4	29.6	12.2	1.2

La struttura di questa la scoria è composta principalmente da estesi grani di fayalite in cui si trovano microparticelle di Ba (a contrasto chiaro nell'immagine SEM), indicando il frammento come pertinente a ganga baritica, tipica della miniera di Aouam.

CAMPIONE Slag F - Aouam

La scoria proveniente dal filone del Signal (Fig.1), è di colore rosso bruno ed è di grossa pezzatura. Presenta ancora visibile l'impronta di uno strumento come indicato in Fig.1.



Fig. 1 Scoria da Ighrama Aousser denominata campione slag.F

L'analisi SEM-EDS mette in evidenza una formazione dendritica riconducibile alla wustite Fig.2.

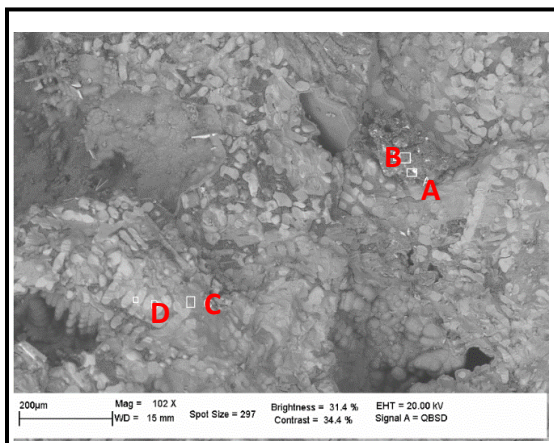


Fig. 1 Immagine SEM in elettroni retrodiffusi

I valori quantitativi degli elementi rilevati con l'indagine EDS nelle aree indicate dalle lettere in Fig.1, sono riportati in Tabella I.

Tab. I Valori quantitativi normalizzati a 100 ricavati dalle analisi EDS

	C	O	Mg	Al	Si	P	S	K	Ca	Mn	Fe	Ba	W	Pb
A	7.3	47.4	0.7	3.5	8.6	0.8	-	0.6	9.4	0.4	4.7	-	-	16.6
B	4.6	49.0	0.7	3.3	8.4	1.5	-	0.7	17.0	0.3	4.3	-	-	10.2
C	1.0	23.4	-	0.5	0.5	-	-	-	0.2	2.4	72.0	-	-	-
D	-	44.8	0.5	8.0	12.3	0.7	0.2	2.6	4.2	1.8	23.0	0.7	1.2	-

Formazioni dendritiche di wustite e microparticelle di piombo e ferro ridotto, porterebbero a ipotizzare la formazione della scoria di smelting del piombo, da minerale polimerico ricco in ferro, in ambiente riducente.

CAMPIONI VOLUBILIS

Le tre scorie da Volubilis sono state campionate per essere utilizzate come confronto con quelle di Aouam, nell'ambito della ricerca di Phd di Angela Celauro, ma analizzate presso L'Università Sapienza di Roma, con le stesse procedure e strumentazioni utilizzate per gli altri campioni qui descritti.

Numero Oggetto	Unità stratigrafica	Localizzazione	Cronologia
Vol.03.4198	US 46	Ch. 2- Esp.1	II secolo
Vol.02.4824	US 14	Ch. 1-Esp. 2	III secolo
Vol.03.5606	US 00	Ch. 4	150-250

CAMPIONE N.034198 VOLUBILIS

La scoria è bruno-rossastra all'esterno ma la superficie della frattura mostra un colore nerastro Fig.1



Fig.1 Due parti della scoria da Volubilis denominata campione 034198

I due frammenti sono stati sottoposti ad analisi al SEM in elettroni retrodiffusi, delle diverse aree esaminate si riportano quelle che hanno fornito le maggiori indicazioni.

Le relative indagini EDS, con i valori di composizione elementare quantitativa riportati nelle rispettive tabelle, Fig.2,3. I valori composizionali sono in wt%± 0.2.

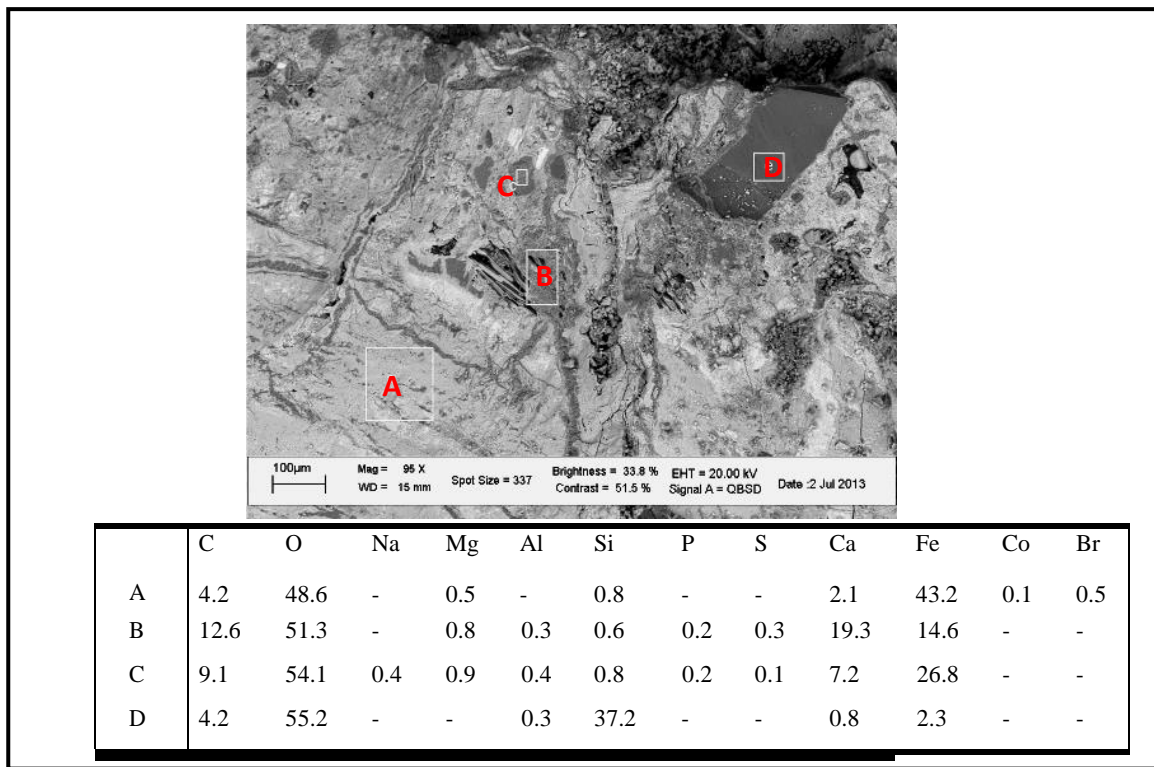


Fig.2 Immagine di una zona del campione con le analisi EDS relative alle aree indicate.

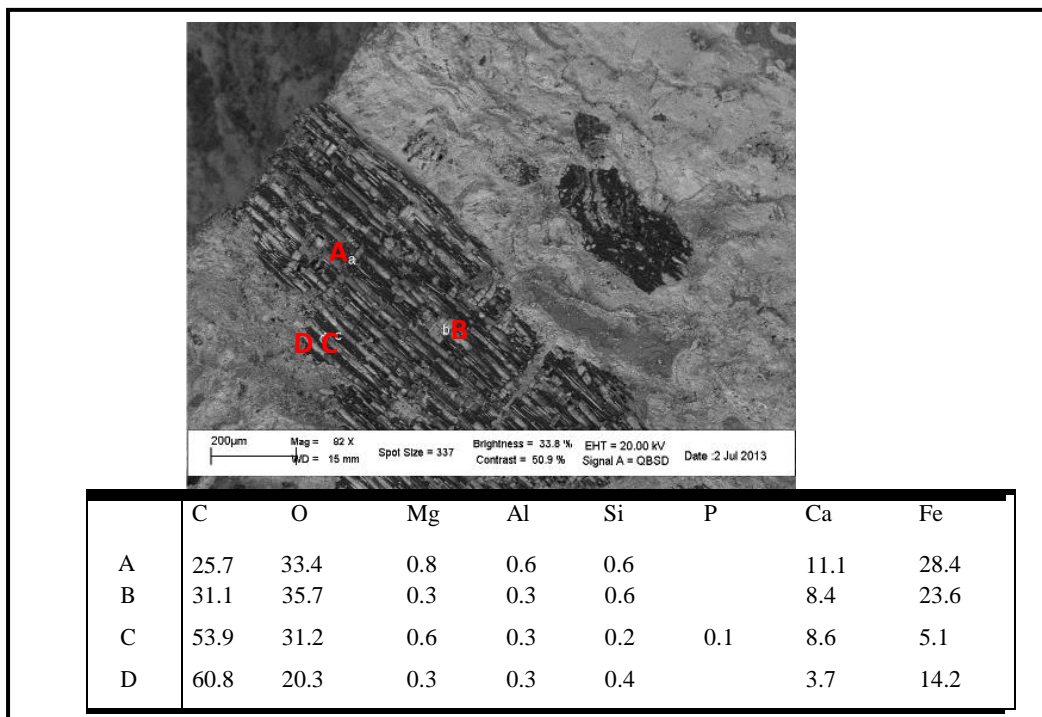


Fig.3 Immagine di una zona del campione con le analisi EDS relative alle aree indicate.

Questa scoria è composta prevalentemente da ossido di ferro e calcite e nell'immagine di Fig.1, nell'area D, si rileva una grossa inclusione di silice. Proviene da un processo di riduzione del ferro.

È possibile identificare la struttura pertinente a legno bruciato nell'immagine di Fig.3.

CAMPIONE 035606

La scoria prelevata nel sito di Volubilis, presenta una superficie rosso ruggine e all'interno sono visibili macchie nere e brillanti, Fig.1.



Fig.1 scoria da Volubilis denominata come campione 035606

Tre aree interne alla scoria sono state indagate al SEM in elettroni retrodiffusi ed analizzate in EDS come riportato nelle Figg. 2-4. I valori composizionali sono in wt%± 0.2.

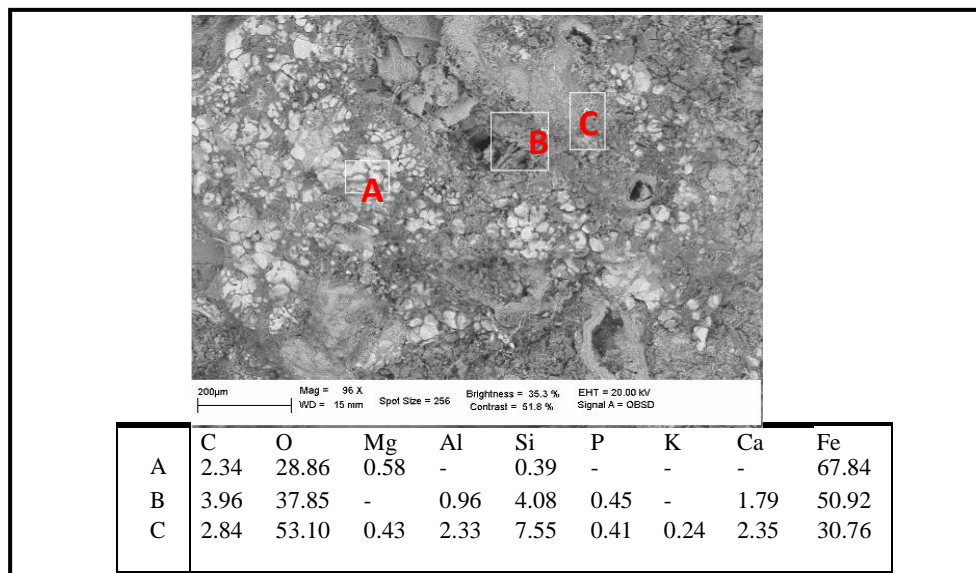


Fig.2 Immagine di una zona del campione con le analisi EDS relative alle aree indicate.

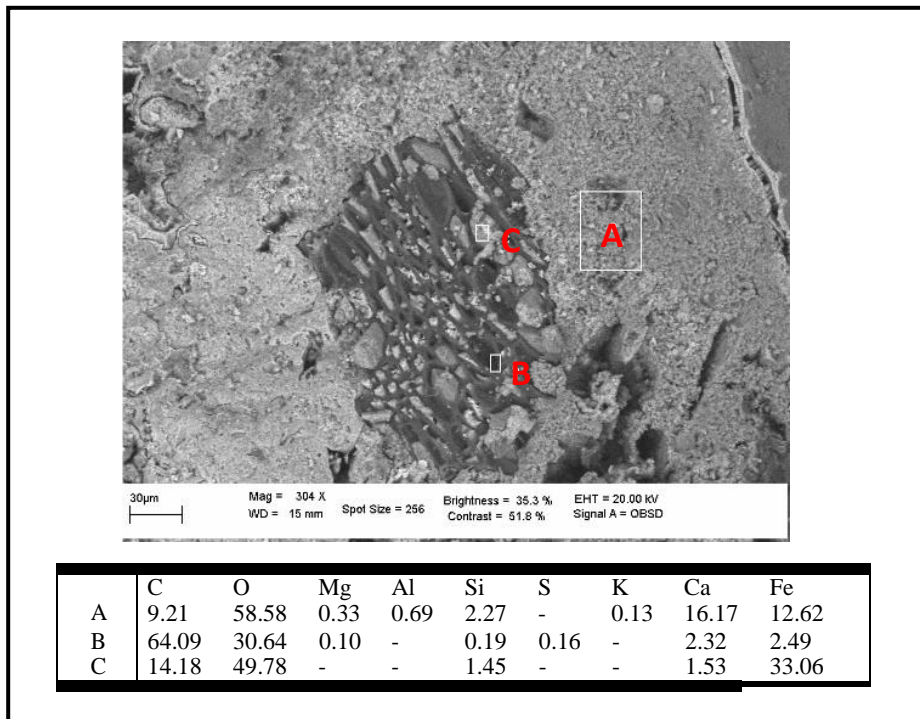


Fig.3 Immagine di una zona del campione con le analisi EDS relative alle aree indicate.

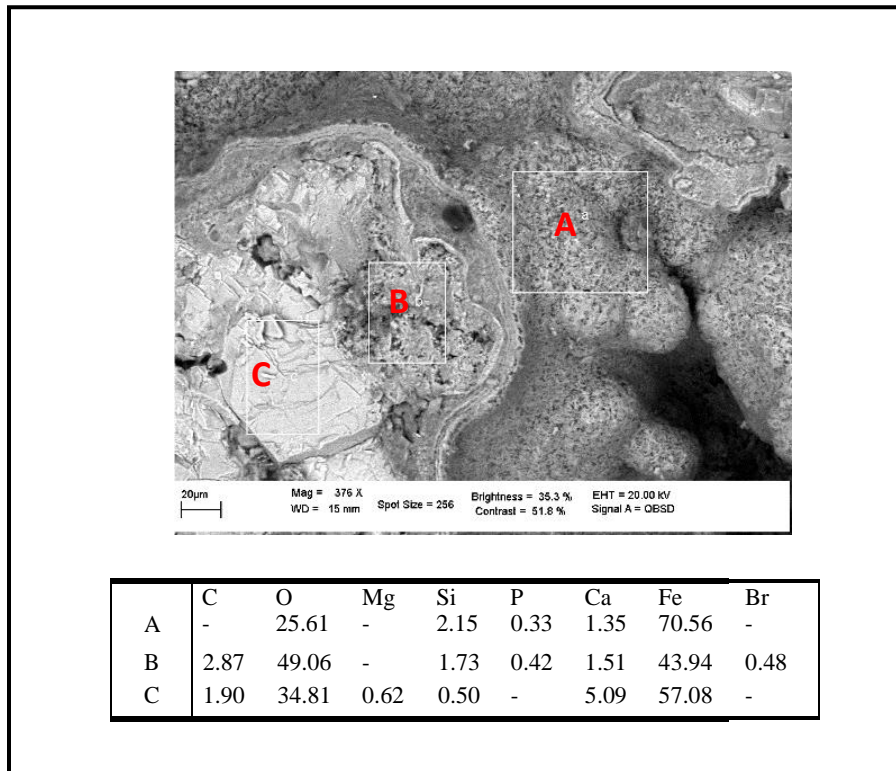


Fig.4 Immagine di una zona del campione con le analisi EDS relative alle aree indicate

Tutte le parti analizzate portano ad identificare microparticelle di ferro in matrice di ossidi di ferro. Nella immagine di Fig.2 si possono vedere frammenti di carbonio in cui sono inclusi microparticelle di ferro. La rilevazione di una notevole quantità di calcite può suggerire che si tratti di ganga del minerale di provenienza.

CAMPIONE 024824

La scoria dal sito di Volubilis è di colore rosso ruggine, sia sulla frattura all'interno Fig.1,



Fig.1: Scoria da Volubilis denominata campione 024824

Tre aree interne alla scoria sono state indagate al SEM in elettroni retrodiffusi ed analizzate in EDS come riportato nelle Figg. 2-4. I valori composizionali sono in wt% \pm 0.2.

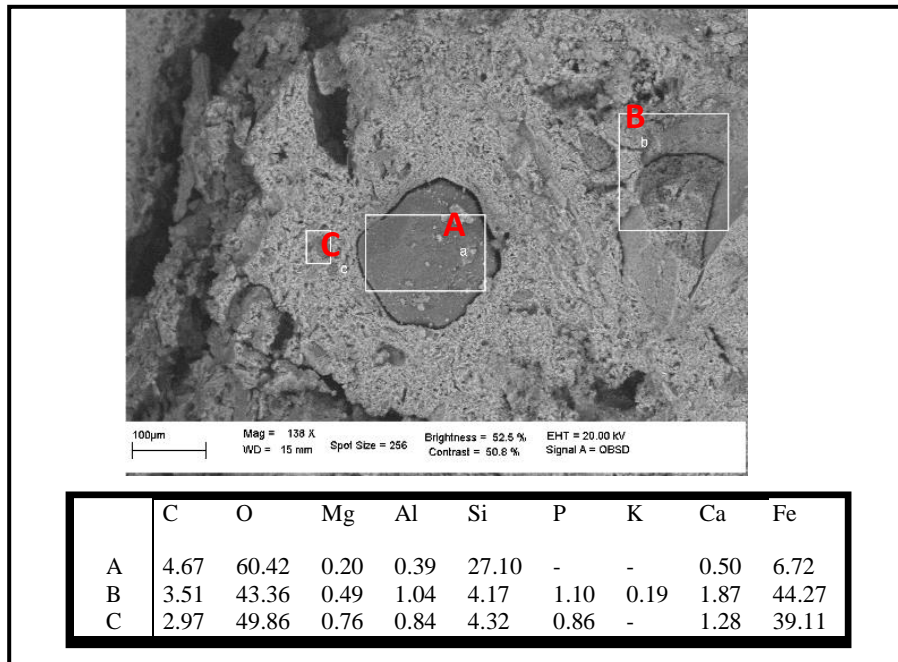


Fig.2 Immagine di una zona del campione con le analisi EDS relative alle aree indicate.

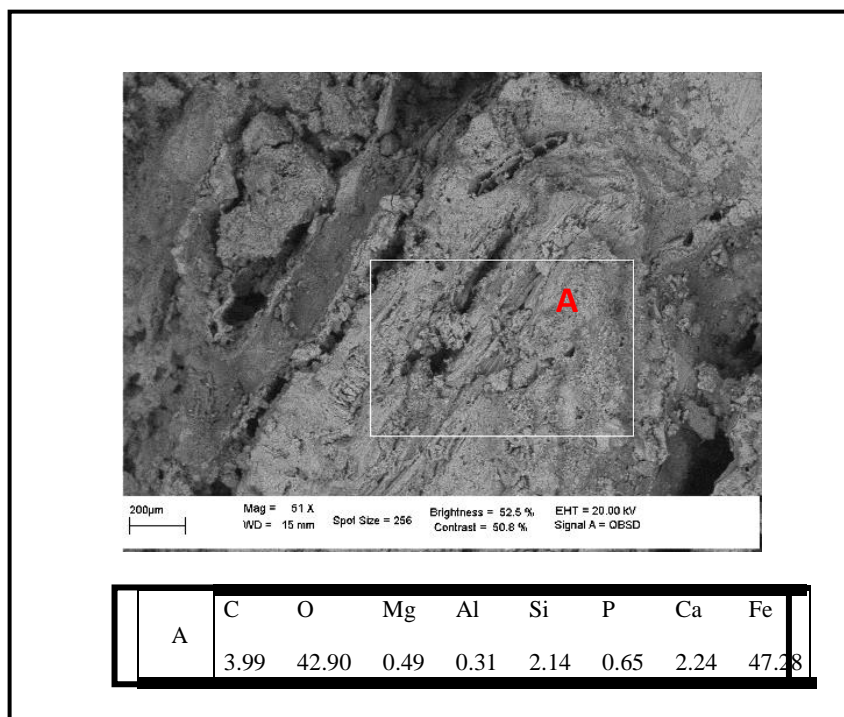


Fig.3 Immagine di una zona del campione con le analisi EDS relative all' area indicata.

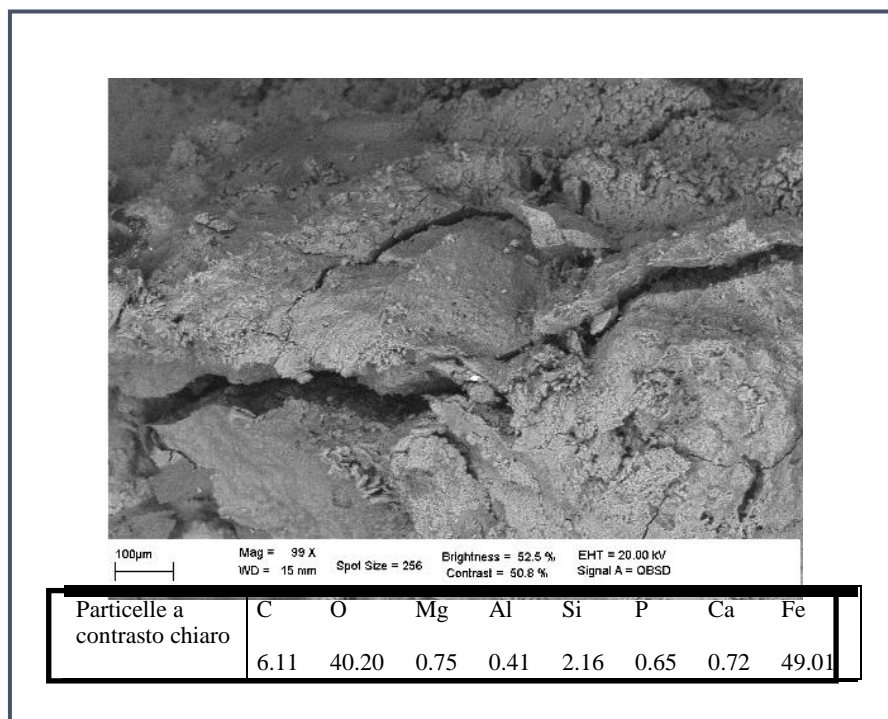


Fig.4 Immagine in elettroni retrodiffusi (QBSD) con evidenza di particelle chiare analizzate in EDS di cui è riportata una composizione rappresentativa.

La scoria di roasting, risulta essenzialmente composta da ossidi di ferro e microparticelle di ferro. Vengono rilevati cristalli di quarzo, che potrebbero suggerire un'aggiunta intenzionale durante il processo pirometallurgico o la presenza di quarzo nella roccia di inclusione o l'incorporazione di frammenti di forno. Accanto a questi grandi cristalli non reagiti, la matrice è composta da ossidi di ferro, che sono stati identificati ai fini delle analisi XRD (vedi in paragrafo 3.5).

LA MINIERA DI RAME: DAI/TABAROUCH

Le analisi dei campionamenti effettuati nel sito di Tabarouch sono state realizzate dall'Università di Meknés e fornite per questo lavoro.

L'area di campionamento è quella ai piedi della collina dove si sviluppa la galleria della miniera moderna, confermando come per Aouam e Taza l'esistenza del sistema di scarico con dump heap.

CAMPIONE n. T7

Provenienza: Coordinate geografiche: 32°11'30.76"N - 6°21'48.74"O

La scoria proveniente da Tabaroucht, Fig. 1 ha un aspetto poroso e un colore marrone nerastro. L'intera superficie appare visibilmente come trasformata da un forte riscaldamento con presenza di cavità nelle sono presenti nuclei di metallo puro.

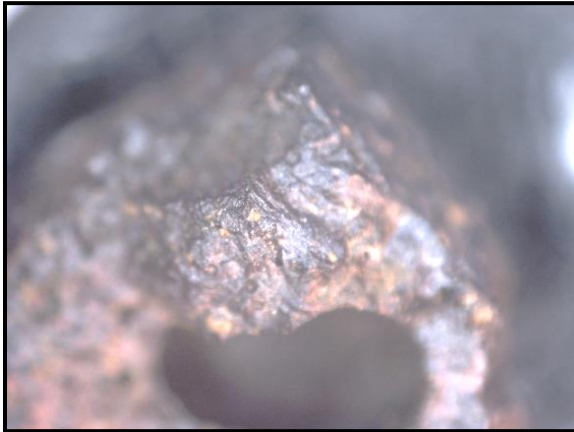


Fig. 1. Scoria da Tabaroucht analizzata come campione T7

Le analisi SEM evidenziano alcune strutture molto ben organizzate e consentono di determinare la composizione della fase omogenea, corrispondente al quadrato nell'immagine SEM (Fig. 2), che nello spettro EDS rivela una composizione che induce a ritenere presenza di composti del ferro con il silicio e/o con l'ossigeno, perché purtroppo non è possibile fare una valutazione stechiometrica.

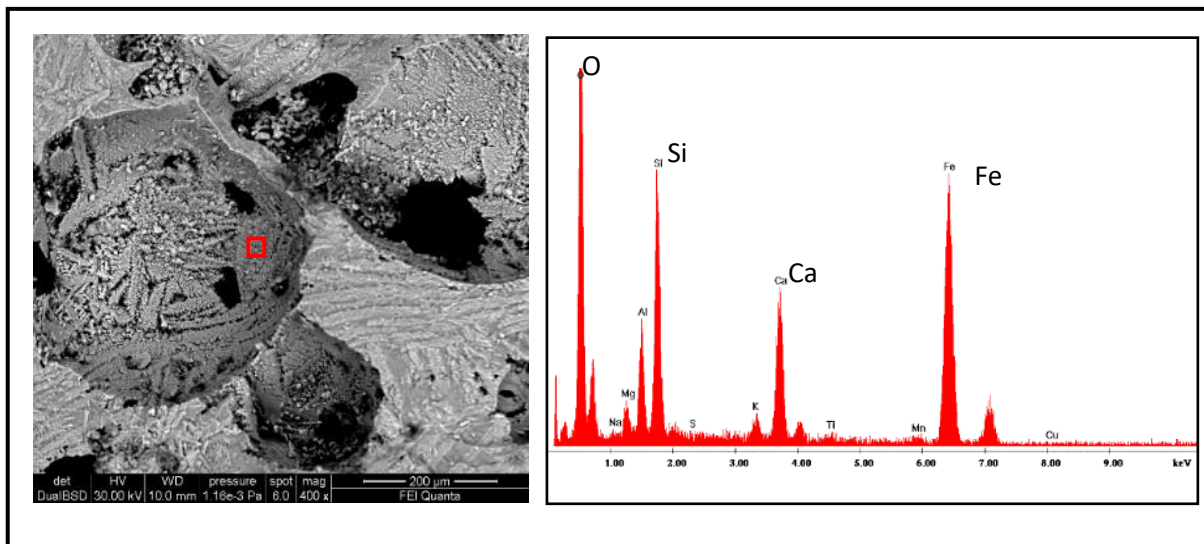


Fig. 2. Immagine SEM in elettroni retrodiffusi e spettro EDS relativo all'area indicata nel riquadro. Sono evidenziati gli elementi maggioritari.

E' da precisare che nel sistema di gestione dello strumento EDS è stato imposto il rilevamento del piombo, ma questo elemento non è stato mai rilevato, come appare evidente nello spettro riportato come risultato dell'analisi EDS dell'intero campione di superficie.

Un'altra parte del campione presenta un aspetto vetroso con una dispersione di lacune, e sferule ingoblate nella matrice (Fig. 3). Il contrasto chiaro di tali globuli ha suggerito la presenza di un metallo che in tutte le analisi si è dimostrato essere ferro.

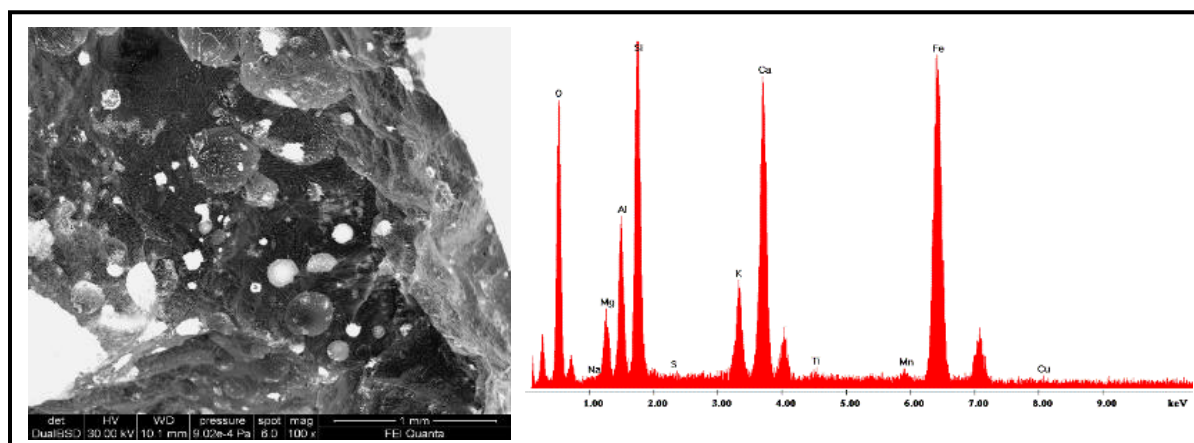


Fig. 3. Immagine SEM di un'area del campione T7 con accanto uno degli spettri ottenuti in EDS per i globuli a contrasto chiaro.

I dati analitici acquisiti portano a ipotizzare la presenza di un sistema mineralogico con variazioni dovute sia al processo di velocità di raffreddamento, sia alla volatilità dell'ossigeno. Sembra quindi possibile che si tratti del sistema fayalite-forsterite che, come riporta Bachmann 1982 (pp. 22-24), molti studi attribuiscono al processo di estrazione del rame dalla calcopirite. Facendo raffronti con studi di scorie fayalitiche provenienti da differenti siti, quali ad esempio, Kanesh nel'Anatolia Centrale, Timna fino a considerare Wadi Amram nel sud di Israele, si è potuto differenziare le varie tipologie della fase cristallina, partendo dall'individuazione degli elementi provenienti da contaminazioni con materiali usati per il trattamento termico, o la presenza di aggiunte per migliorare il processo come ad esempio il fosforo. Inoltre la presenza di zolfo, anche in modeste quantità, indicherebbe la provenienza del minerale da

miniere ricche di tale elemento. Nelle miniere con presenza di ossidi di silicio, si osservano invece parti dall'aspetto vetrificato, che sono parzialmente decomposte oltre a sferule di rame puro e talvolta anche di ferro.

CAMPIONE N. T8

Provenienza: Coordinate geografiche: 32°11'30.76"N - 6°21'48.74"O

Scoria nerastra porosa, larghezza 16 mm, prelevata a Tabarouch Coordinate geografiche: 32°11'30.76"N - 6°21'48.74"O. Presenta due morfologie principali, una che possiamo identificare come "matrice" e la seconda come "fibre"; sono inoltre presenti differenti aree con strutture cristalline, evidenziabili ad alti ingrandimenti (Fig. 1).



Fig. 1. Particolare della scoria prelevata nell'area di Tabaroucht, denominata campione T8

Analisi della morfologie e della struttura a diversi ingrandimenti di risoluzione al SEM, permettono di meglio comprendere alcune caratteristiche tipologiche (Fig. 2).

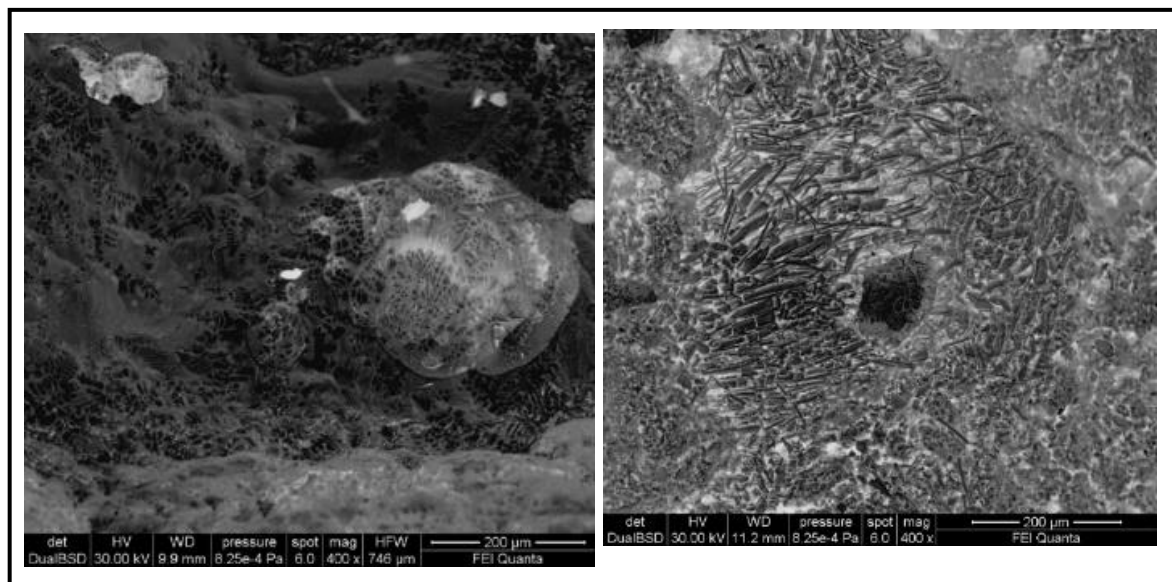


Fig. 2. Evidenza di strutture regolari in due differenti parti del campione dalle immagini SEM.

A più alti ingrandimenti appare evidente come la struttura assume forme regolari, omogenee anche per dimensioni. Ciò conduce a ipotizzare un processo termico seguito da un raffreddamento lento in ambiente isoterma (Fig. 3).

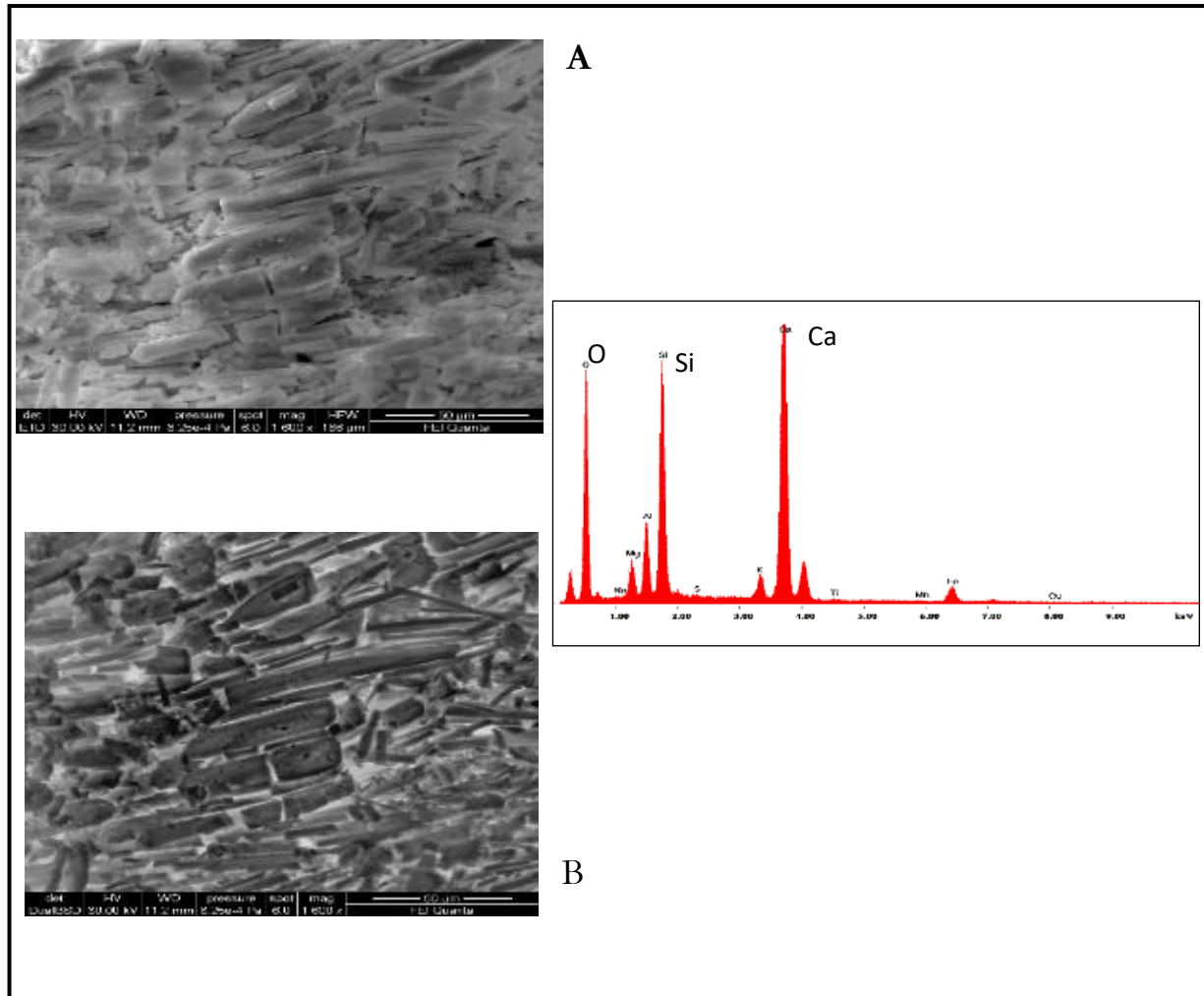


Fig. 3. immagine SEM in elettroni secondari (A) e retrodiffusi (B) con spettro EDS relativo all'intera area.

Analizzando la fase identificata come matrice, si evidenziano forme di trattamento ad alta temperatura e l'elemento principale presente è il calcio (Fig. 4).

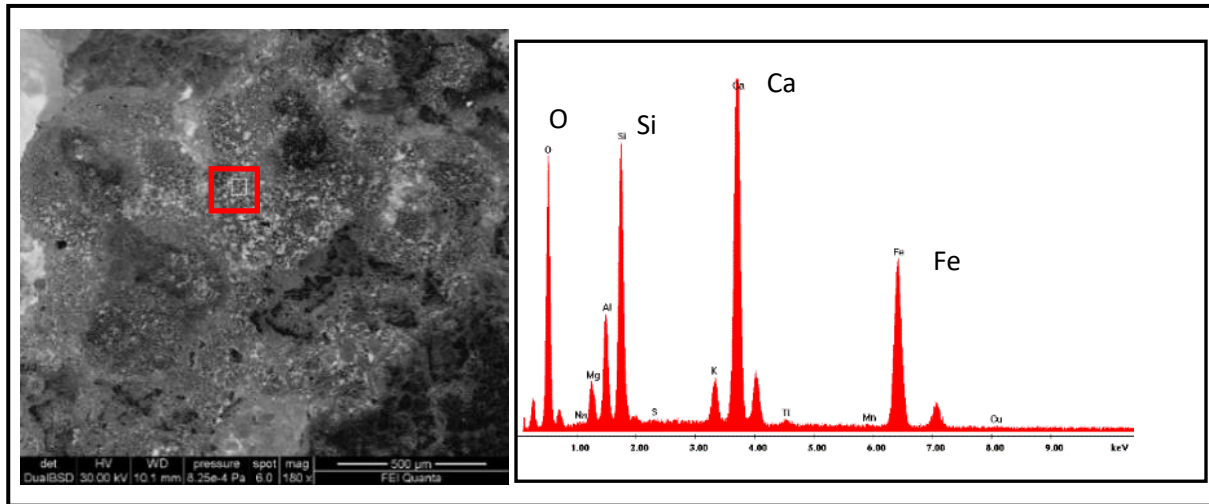


Fig. 4. Immagine SEM di una parte del campione e spettro relativo all'area identificata dal rettangolo

Da considerazioni semiquantitative e formulazioni stechiometriche si potrebbe risalire alla presenza di wallastonite (CaSiO_3), e per averne conferma, si rende necessario ricorrere all'analisi di diffrazione ai raggi X. In ogni caso, va sottolineato che la sua presenza è possibile nel caso di formazione della fayalite in quanto per processi di riscaldamento e successivo raffreddamento la wollastonite può trovarsi in relazione con la fayalite (DEER ET ALII 1992, 205).

Lo spettro della composizione elementare relativo a ogni area investigata, evidenzia come gli elementi rinvenuti abbiano intensità dei picchi diversa. Questo indica che si è in presenza delle stesse forme mineralogiche, anche se differenti per struttura e variazioni di grado di cristallinità, oltre che in quantità diverse da parte a parte del campione, a conferma di una procedura non condotta a livello industriale.

CAMPIONE N. T12

Coordinate geografiche: 32°11'30.76"N - 6°21'48.74"O

Scoria nerastra porosa, larghezza 18mm, proveniente da Tabaroucht. Ha un aspetto vetrificato con molte bolle vuote e altre con inclusioni solide (Fig. 1).



Fig. 1. Scoria da Tabaroucht denominata campione T12

La scoria può essere ben caratterizzata dalla sua immagine SEM (Fig. 2), con la particolarità di avere molte particelle globulari disperse in una matrice vetrosa.

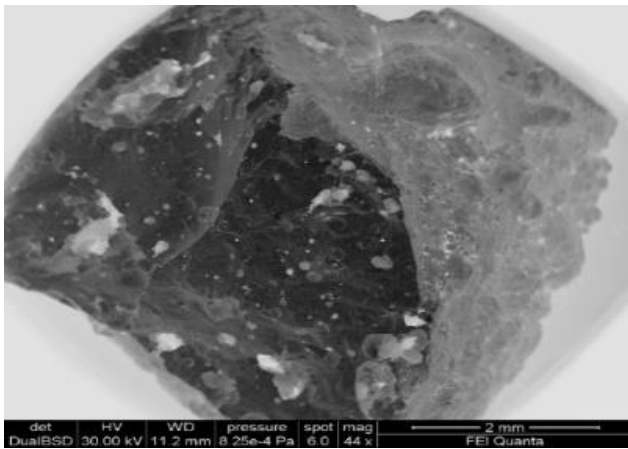


Fig. 2. Immagine SEM dell'intera scoria

Il contrasto chiaro delle inclusioni sferiche nell'immagine, in elettroni retro diffusi, indica la presenza di nuclei di metalli.

L'analisi EDS è stata effettuata su ciascuna delle strutture presenti.

All'analisi EDS, la matrice, che ha una morfologia che indica un forte riscaldamento con formazione di fasi vetrificate, presenta una composizione nella quale il calcio è sempre in associazione con silicio e ossigeno. In particolare, dalle analisi EDS effettuate sulle piccole masse evidenziate nelle immagini SEM, si ottiene sempre lo stesso spettro di emissione con la predominanza del ferro. In Fig. 3, assieme all'immagine SEM, è riportato uno degli spettri ottenuti dall'analisi sui piccoli globuli di colore più chiaro inclusi nella matrice.

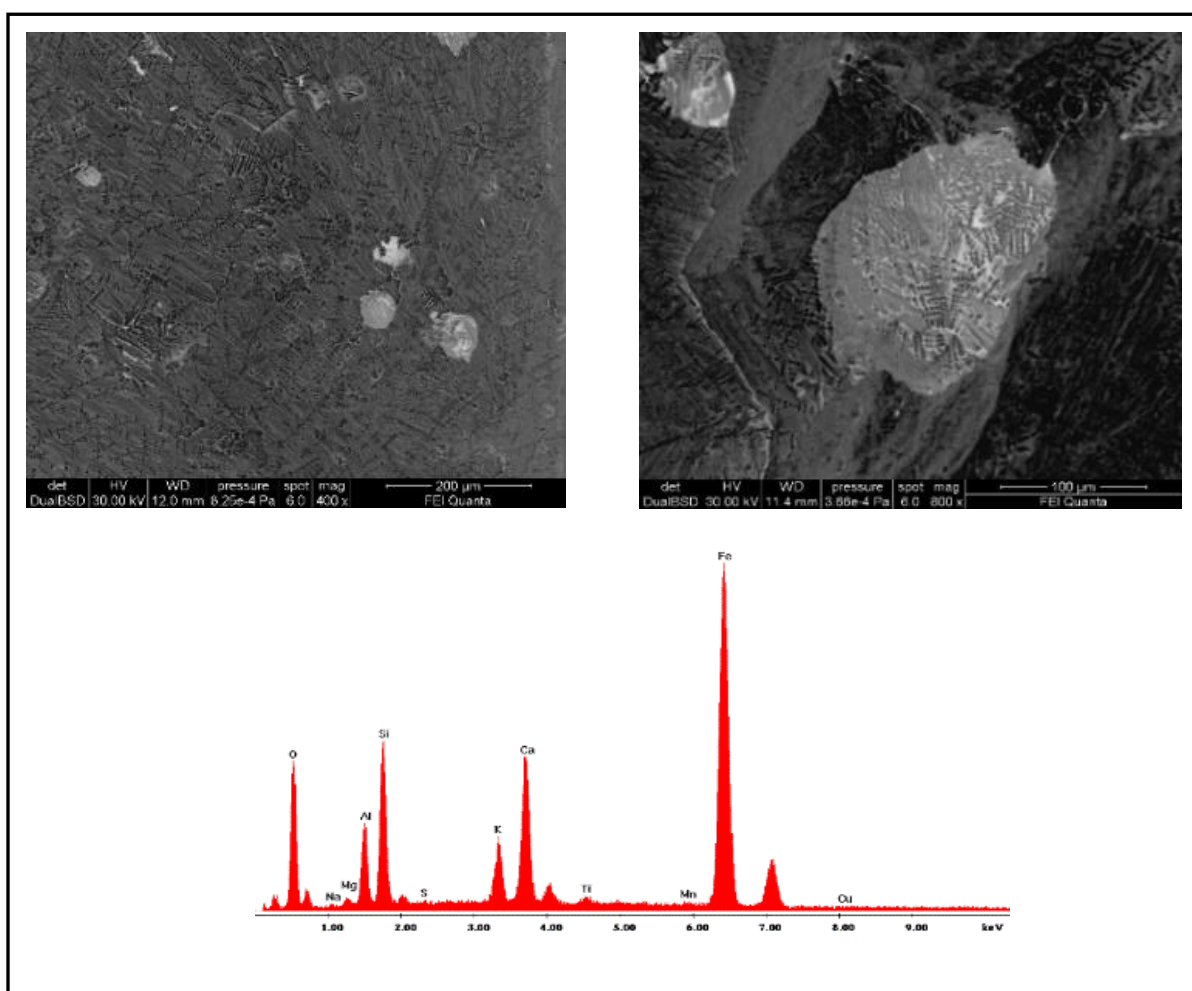


Fig. 3. Immagini SEM a differenti ingrandimenti di un'area con presenza di globuli. Lo spettro è pertinente a uno dei globuli analizzati.

I risultati delle analisi effettuate sulle diverse strutture visibili nel campione sono coerenti con quelle riscontrate nei campioni descritti precedentemente e contenenti globuli di fasi ferrose, assenza di zolfo e presenza di calcio.

CAMPIONE N. T13

Coordinate geografiche: 32°11'30.76"N - 6°21'48.74"O)

Scoria nera vetrosa, larghezza 20 mm. proveniente da Tabarouch. Ha un marcato aspetto vitreo, con molte incavature, una delle quali occupa quasi un terzo dell'intero campione e presenta un riempimento interno (Fig. 1).



Fig. 1. Scoria da Tabarouch identificata come campione T13

Le dimensioni della scoria hanno consentito di poterla posizionare intera nella camera porta campioni e, quindi, analizzarla nelle sue parti più significative (Fig. 2). Ancora una volta troviamo spettri EDS molto simili agli altri distinguendosi da essi solo per la differenza delle quantità relative degli elementi.

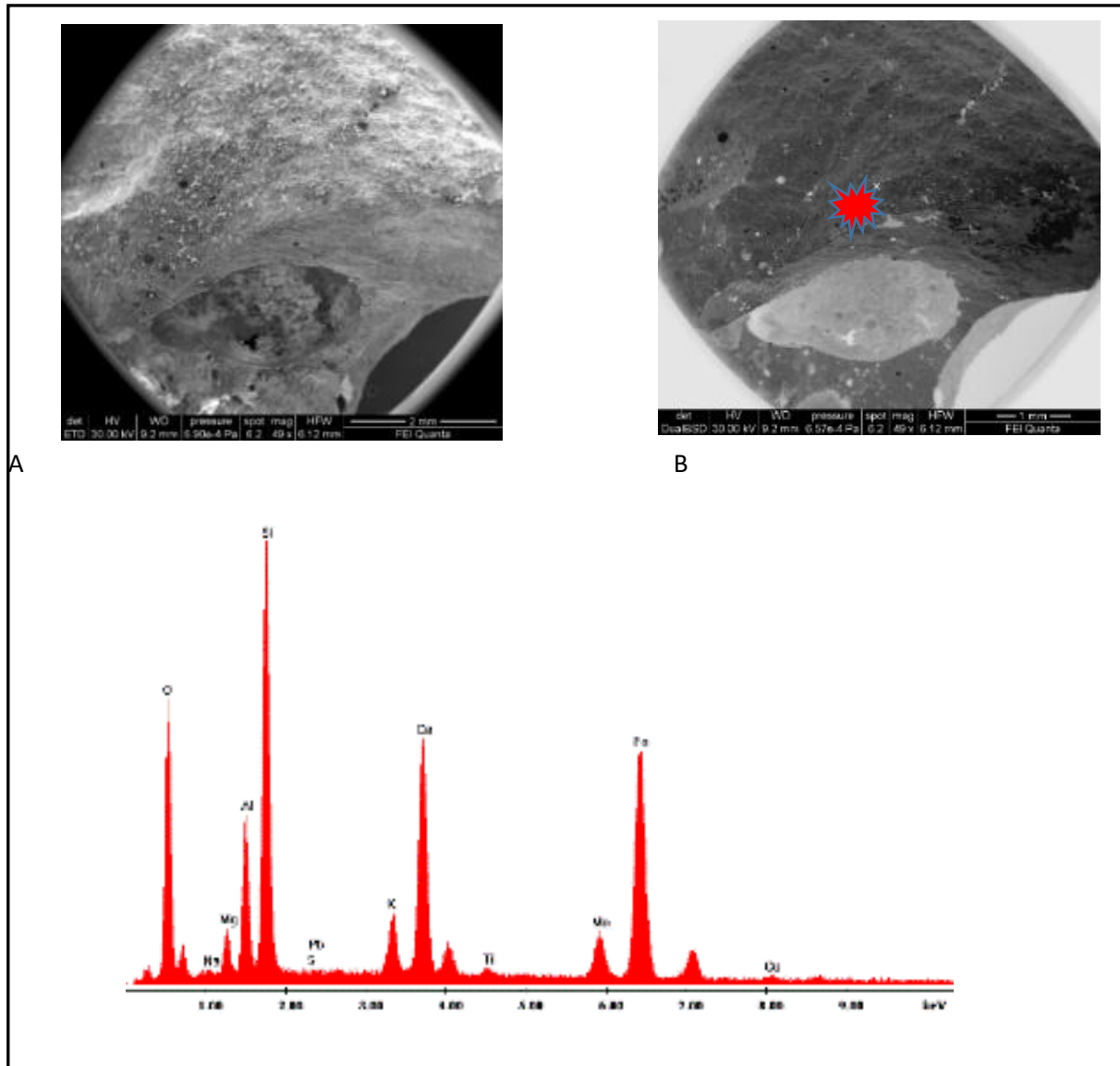


Fig. 2. Immagini SEM in elettroni secondari (A) e retrodiffusi (B) del campione T13 con lo spettro EDS relativo all'area indicata con un asterisco

Nel campione sono presenti e ben analizzabili alcuni globuli di rame (Fig. 3). Il ferro è sempre presente a conferma che l'estrazione del rame è stata effettuata a partire da un minerale con presenza di entrambi i metalli (es calcopirite).

La scarsa abbondanza di aree con presenza di rame indica un processo estrattivo con una buona resa.

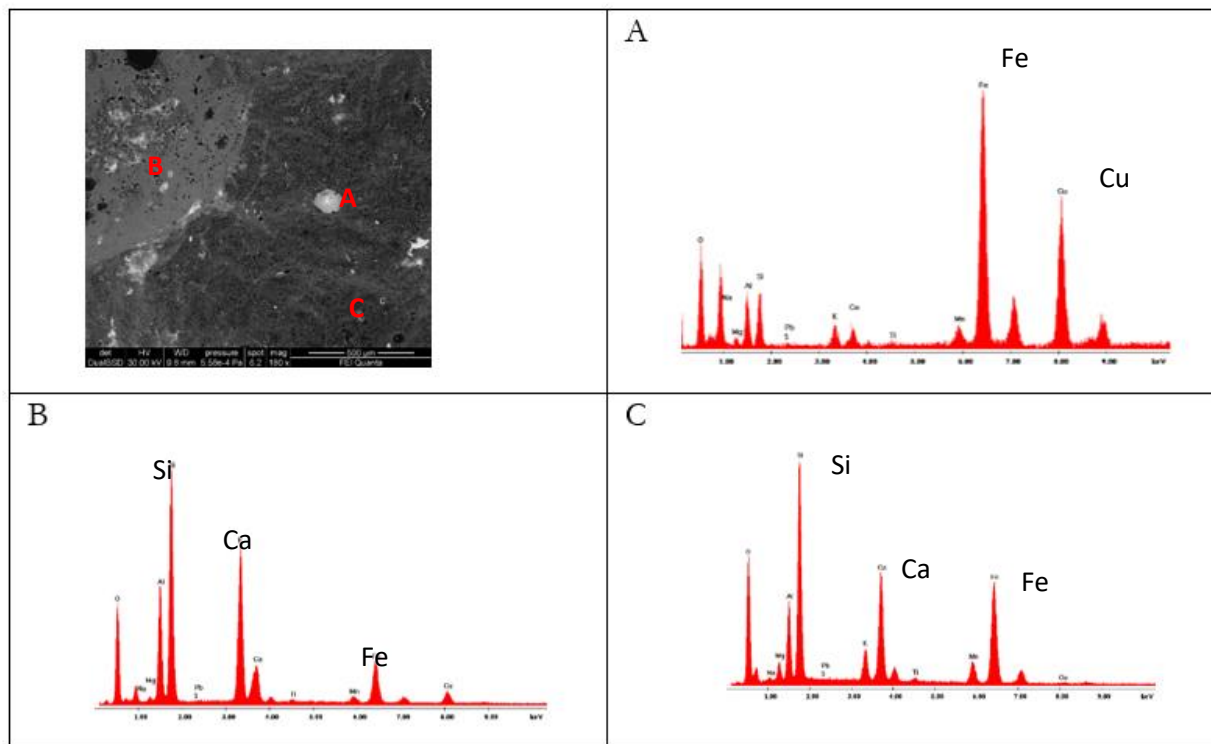


Fig. 3. Spettri EDS relativi alle aree indicate con le lettere A, B e C nell'immagine SEM.

Anche se preliminari, i dati ottenuti sui resti di attività metallurgica campionati da esperti geologi del gruppo del Prof. A. Dekayr, sono da considerarsi esaustivi per proporre l'ipotesi di attività metallurgica del rame nel territorio di Tabarouch con una modalità che, anche se antica, raggiungeva livelli di alta perizia tecnica nei trattamenti ad alte temperature. Questa fase è probabilmente cronologicamente databile al Medioevo.

CAMPIONE N. 36S3

Provenienza: Coordinate geografiche: 32°11'30.76"N - 6°21'48.74"O

Frammento ceramico è caratterizzato dalla presenza di un foro cilindrico dalla forma regolare e dal diametro di piccole dimensioni. Il campione riconosciuto pertanto come un frammento di innesto di blow pipe, ha un aspetto compatto, esternamente e internamente, dove è presente una scarsa porosità. Colore aranciato all'esterno e nero all'interno, Fig.1. È osservabile una patina di degrado; presenta chiari segni di combustione.

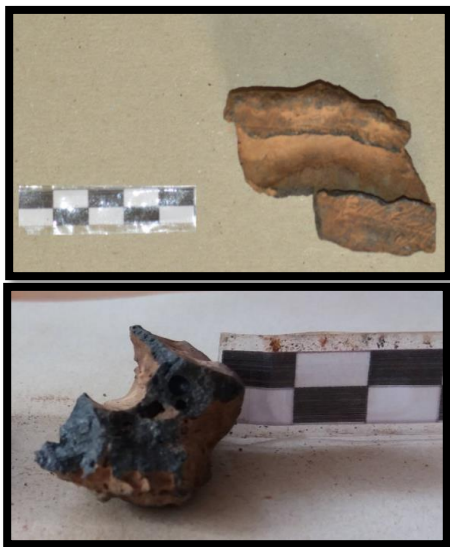


Fig. 1: Frammento Tipo: frammento ceramico identificato come innesto di blow pipe e nominato campione 35S3

Tra tutte le analisi fatte è esemplificativa quella riportata in Fig.2 dove si osserva una matrice compatta ed omogenea con una dispersione di parti a contrasto chiaro di dimensioni diverse.

Gli elementi principali rilevati nelle diverse parti della matrice compatta (Tab. 1), sono quelli tipici di materiale argilloso: silicio, ferro, manganese, calcio. Il rame è l'elemento metallico costituente le particelle a contrasto chiaro. In base a considerazioni stechiometriche, si può determinare che il campione è essenzialmente argilloso, con presenza di rame sulla superficie della concavità. I dati riportano all'interpretazione del campione come parte di un

innesto di blow pipe esposta nella struttura di combustione e a contatto con la zona di lavorazione con forte riscaldamento.

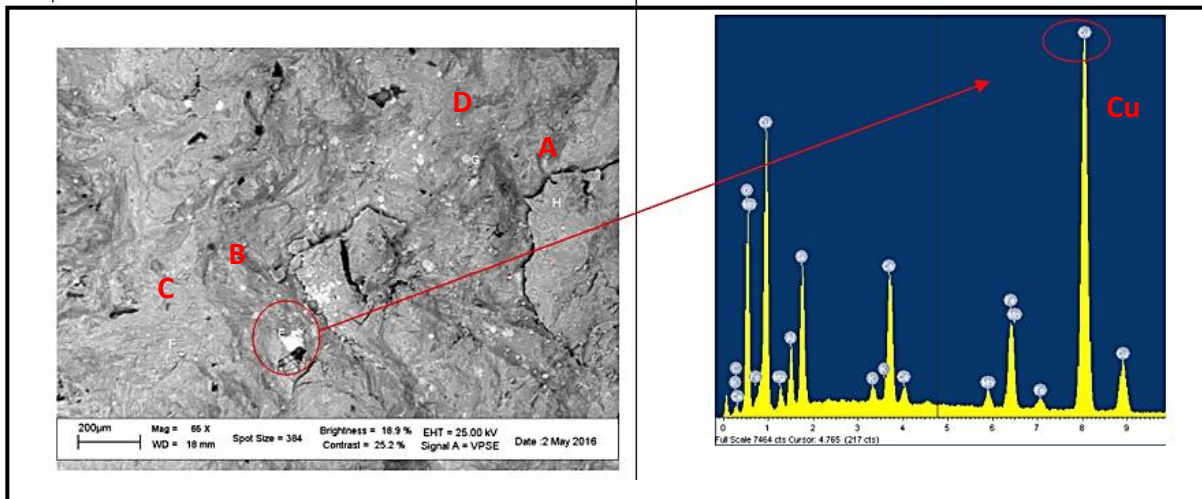


Fig. 2: Immagine SEM in elettroni retrodiffusi con lo spettro EDS dell'area indicata e riportata in tabella come punto E.

Tab. 1 riporta le analisi degli elementi riscontrati con l'analisi EDS effettuate su differenti aree del campione, in percentuale in peso ($wt\% \pm 0.2$)

	C	O	Mg	Al	Si	K	Ca	Ti	Mn	Fe	Cu	Zn
Punto C	0.4	39.6	6.8	6.4	15.3	0.8	14.0	0.3	2.2	13.7	-	-
Punto E	3.9	34.5	1.7	2.9	5.7	0.4	3.9	-	0.8	5.0	40.8	-
Punto F	-	39.7	7.5	16.9	9.8	0.9	7.9	-	1.6	14.2	-	0.4
Punto G	3.5	39.8	1.5	5.1	11.2	2.0	11.0	0.4	1.6	13.0	10.4	-

1.4 LE MINIERE DI PIOMBO: MIBLADEN E AOULI

Sono state prospettate ad Aouli una galleria vicino alla Kasbah antica (coordinate geografiche: 32°49'28.05"N - 4°34'6.51"O) e la miniera moderna francese sul fiume, mentre a Mibladen la miniera moderna dismessa che si trova al centro della città ed una miniera sulla strada tra Mibladen e Aouli, chiamata «prima miniera» nelle schede ,(coordinate geografiche: 32°46'43.51"N - 4°36'47.79"O), con campionature effettuate superficialmente intorno all'ingresso della galleria.

AOULI	38 AHO (a - h)	Kasbah Aouli	4 fram. Ceramica; a-1 Scoria di colore grigio-marrone con punti verdi ed aspetto spumoso-compatto; b-1 Scoria di colore grigio-verde ed aspetto stratificato-compatto; c-Scoria di colore bianca-aranciata con presenza di minerali e d-h: 5 frammenti di scoria di colore grigio ed aspetto spumoso	Settembr e 2015
AOULI	37 AHO (a, b)	Miniera Francese Aouli	a-2 Frammenti di scoria di colore grigio-verde ed aspetto compatto-stratificata e: b-Frammento di Scoria di colore nero-marrone con punti rossicci ed aspetto compatto	Settembr e 2015
MINIERA DI MIBLADEN	40 MIB (a-h)	Mibladen miniera città	a-1 fram. ceramica; b-1 crogiolo; c-h: 8 fram. Scorie per frantumazione	Settembr e 2015
MINIERA DI MIBLADEN	39 MIB (a - l)	Mibladen prima miniera	14 fram. Scorie per frantumazione	Settembr e 2015

Tab. I: Elenco dei campioni prelevati ed analizzati nell'area di Aouli e Mibladen

CAMPIONE N. 40g MIB

Provenienza: Mibladen Miniera città

La piccola scoria, Fig.1, presenta un aspetto compatto senza porosità. Il colore è nero con zone arancioni poco diffuse. Non presenta degrado. È stato campionato sporadicamente nella zona dei pozzi della miniera moderna che si trova all'interno della città.

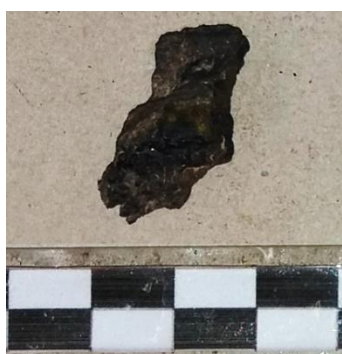


Fig. 1. Scoria da Mibladen miniera/ città denominata campione 40g

Diverse parti della scoria, individuate come significative mediante l'osservazione in microscopia ottica, sono state analizzate al SEM-EDS allo scopo di determinare la loro natura. Di seguito si riportano le analisi maggiormente rappresentative della struttura e della composizione del campione in esame.

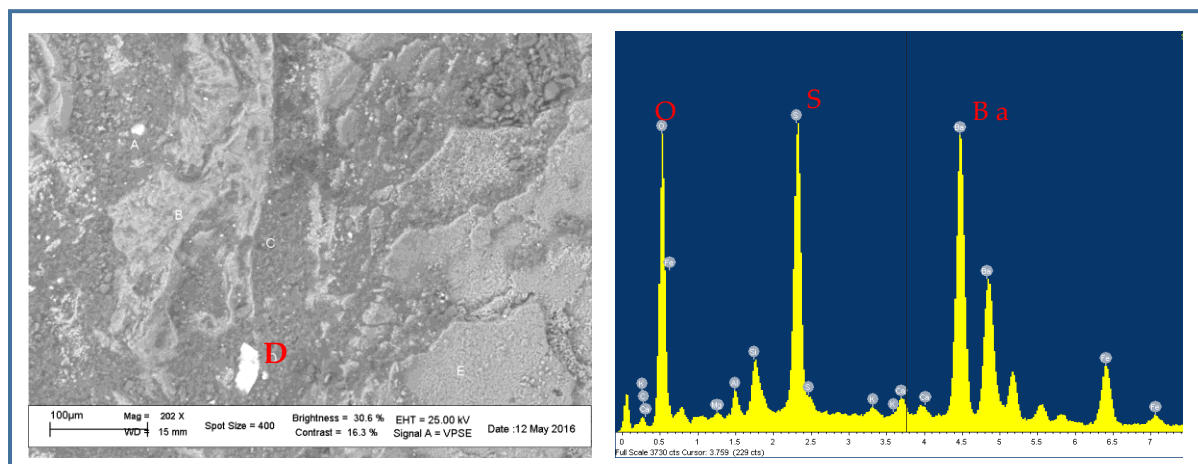


Fig. 1: Immagine SEM in elettroni retrodiffusi con indicate l'area (D) della quale è riportato lo spettro EDS.

Il punto D identifica una particella di solfato di bario (punto di fusione 1345°C) da considerare come elemento facente parte della roccia mineraria. La parte più significativa della scoria è però quella contrassegnata con la lettera M (Fig. 3).

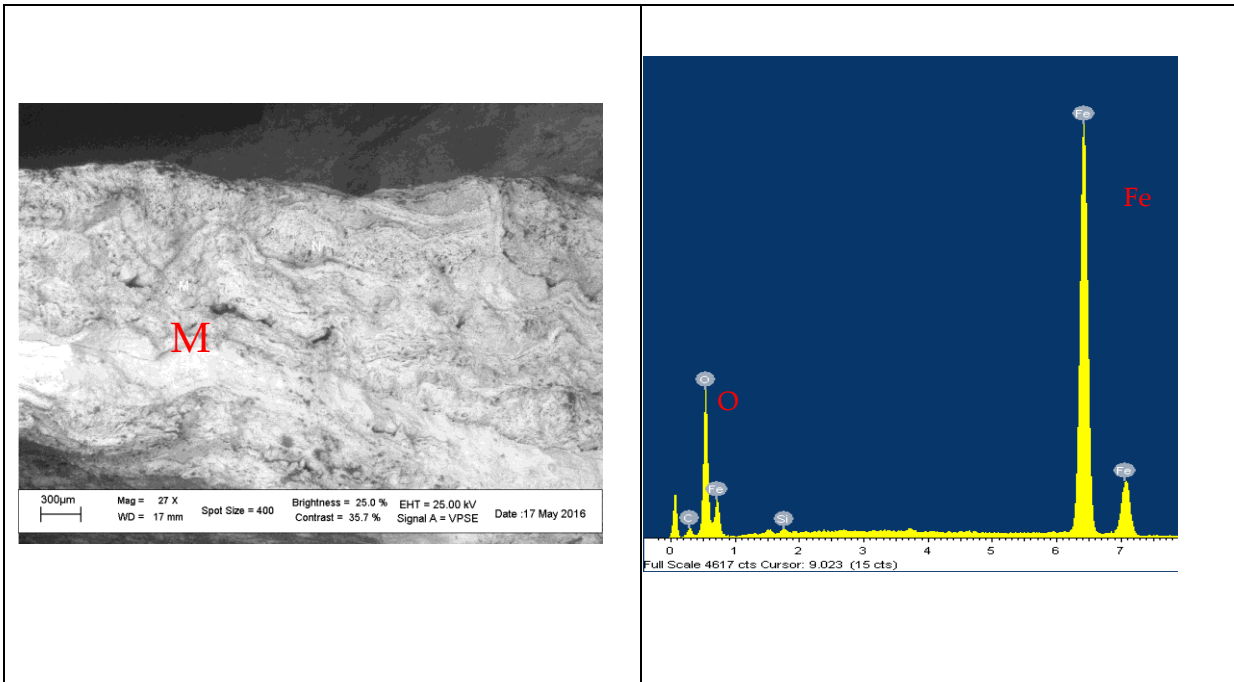


Fig. 3: Immagine SEM in elettroni retrodiffusi con indicate l'area (M) della quale è riportato lo spettro EDS.

Il punto M, data l'alta percentuale in peso di ferro (Tab. I) e la presenza dell'ossigeno come altro elemento principale, può essere identificato come una particella di una delle forme degli ossidi di ferro.

TAB. I Percentuale in peso (wt% \pm 0.2) degli elementi individuati con l'analisi EDS nelle aree indicate nelle immagini SEM

	C	O	Mg	Al	Si	S	K	Ca	Fe	Ba
Punto D	5.3	38.7	0.3	1.3	1.8	10.1	0.2	0.6	5.0	36.2
Punto M	6.6	29.6	-	-	0.4	-	-	-	63.2	-

t

Analisi XRD, Fig.4, hanno confermato che si tratta di magnetite (Fe_3O_4).

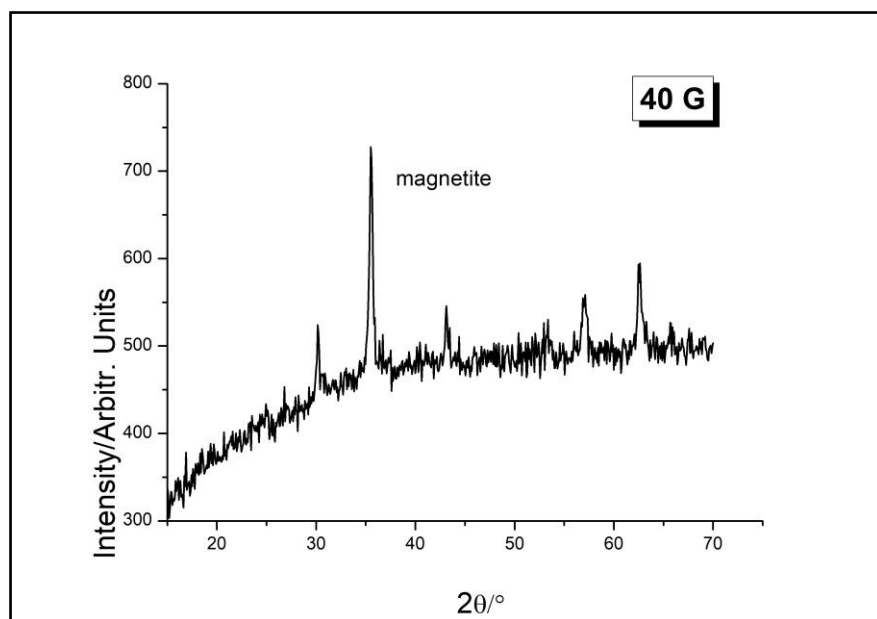


Fig. 4 Spettro XRD del campione 40g

La presenza di questo composto porterebbe ad ipotizzare che potrebbe essere riconosciuto come una ganga che non ha raggiunto alte temperature, data la presenza contemporanea dello zolfo e del bario.

CAMPIONE N. 38a-AHO

Provenienza: Kasbah antica di Aouli

Aspetto compatto senza porosità. Il colore è grigio–marrone con punti verdi e bianchi presenti su tutto il campione (Fig. 1). Proviene dalla raccolta in prospezione della superficie della Kasbah antica di Aouli.



Fig.1 Scoria dalla fortezza di Abouli, denominata per le analisi campione 38a

Questa scoria non presenta degrado dovuto a interazioni con l'ambiente esterno, mantenendo pertanto verosimilmente i caratteri propri della sua formazione. Presenta aspetto compatto di colore grigiastro con punti di colore verde e bianco sia sulla superficie che all'interno. Tali osservazioni inducono un esame su ogni particella diversa dalla massa uniforme della scoria come indicato nella Fig. 2 dove l'immagine SEM in elettroni retro-diffusi (a destra) permette di osservare una dispersione di particelle a contrasto più chiaro, che in questa modalità di osservazione sono pertinenti a elementi con alto numero atomico; a sinistra, lo spettro EDS mostra gli elementi presenti associati ognuno a dei picchi in energia. Dall'area dei rispettivi picchi è possibile ricavare informazioni di tipo semiquantitativo per valutare l'abbondanza relativa dei singoli elementi.

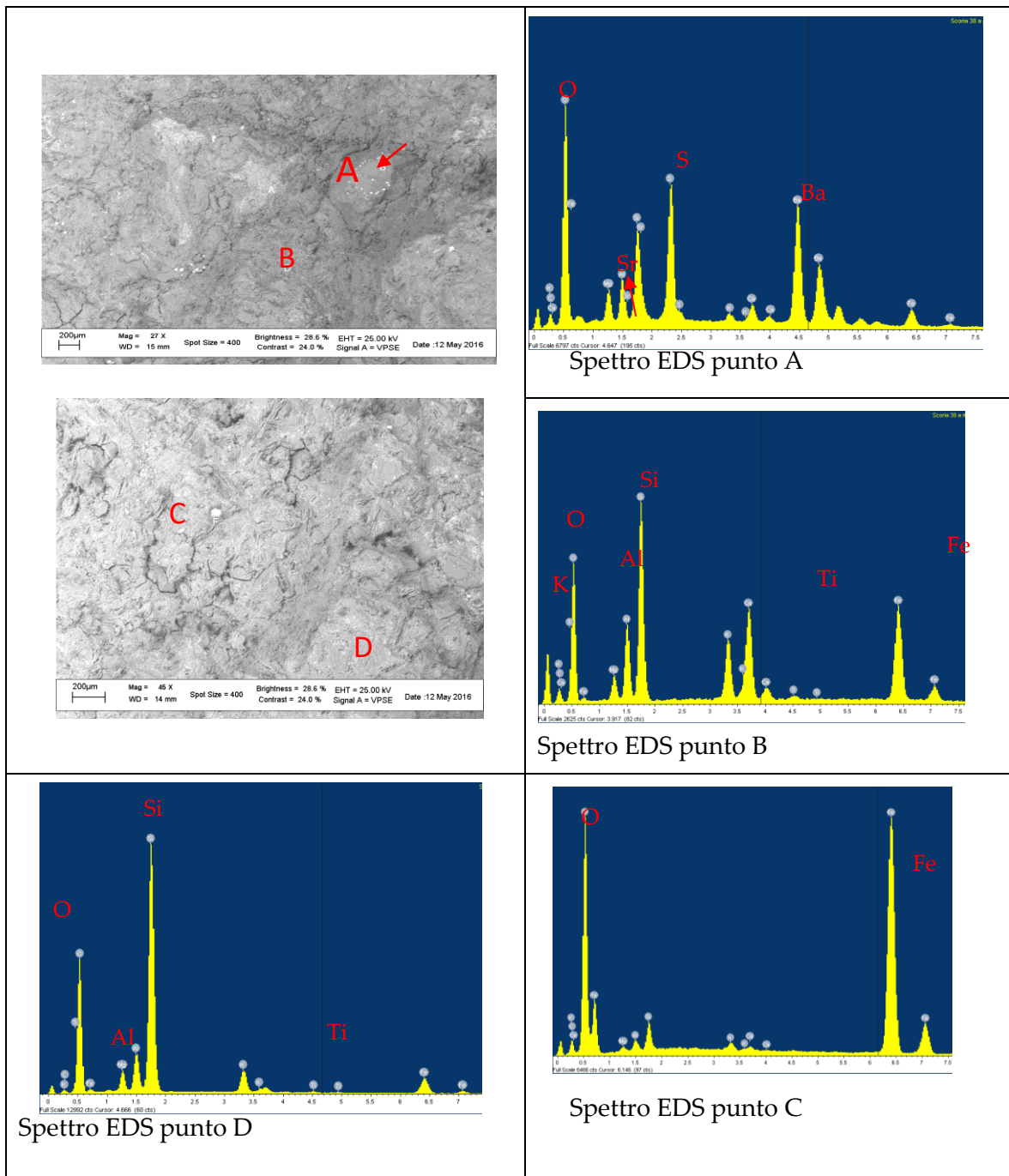


Fig. 2 Immagini SEM di due aree del campione in elettroni retrodiffusi con indicate le aree sottoposte ad analisi EDS.

Le intensità dei picchi dei valori di energia hanno fornito le quantità degli elementi mostrati in Tab. I.

TAB. I *percentuale in peso (wt% \pm 0.2) degli elementi riscontrati con l'analisi EDS nelle aree indicate nelle immagini SEM*

	C	O	Mg	Al	Si	S	K	Ca	Ti	Fe	Sr	Ba
A	10.2	49.0	2.4	2.4	4.4	6.2	0.3	0.8	-	1.8	2.0	20.4
B	5.7	47.0	2.4	5.5	14.0	-	4.0	6.4	0.3	15.2	-	-
C	11.4	45.5	0.5	0.5	2.2	-	0.4	0.2	-	38.5	-	-
D	5.4	53.0	3.0	4.0	27.0	-	2.7	-	0.1	4.5	-	-

Nell punto A, che corrisponde a particelle bianche di solfato di bario, è stata rilevata anche la presenza dello stronzio, con una percentuale in peso pari a 2.0%. I punti B e D presentano come elementi principali alluminio e silicio. Il punto C presenta, inoltre, un'alta percentuale in peso di ferro, molto abbondante anche nel punto D. Quest'ultimo punto potrebbe indicare una particella di ematite (la sua presenza è stata confermata dall'analisi XRD).

Riassumendo i dati delle analisi effettuate con la medesima procedura su ogni fase che costituisce la scoria e i valori semiquantitativi di abbondanza dei singoli elementi, si deve tenere presente che, anche se è possibile mediante opportune elaborazioni stechiometriche delle percentuali relative degli elementi ipotizzare la probabile presenza di composti specifici, la non attribuzione del contenuto di ossigeno a ogni elemento metallico non permette una esatta elaborazione dei dati.

È possibile quindi ricavare solo alcune importanti osservazioni che potranno confluire nelle considerazioni storico archeologiche.

La presenza del ferro ha quindi indotto ad ulteriori indagini con il metodo XRD che ha permesso di identificare la presenza di ematite, ortoclasio e quarzo.

Il campione può quindi essere identificato come un frammento di materiale lapideo. Per verificare tale identificazione e attribuire una provenienza del materiale lapideo, sono state effettuate altre campionature sottoponendole ad analisi XRD, Fig.3.

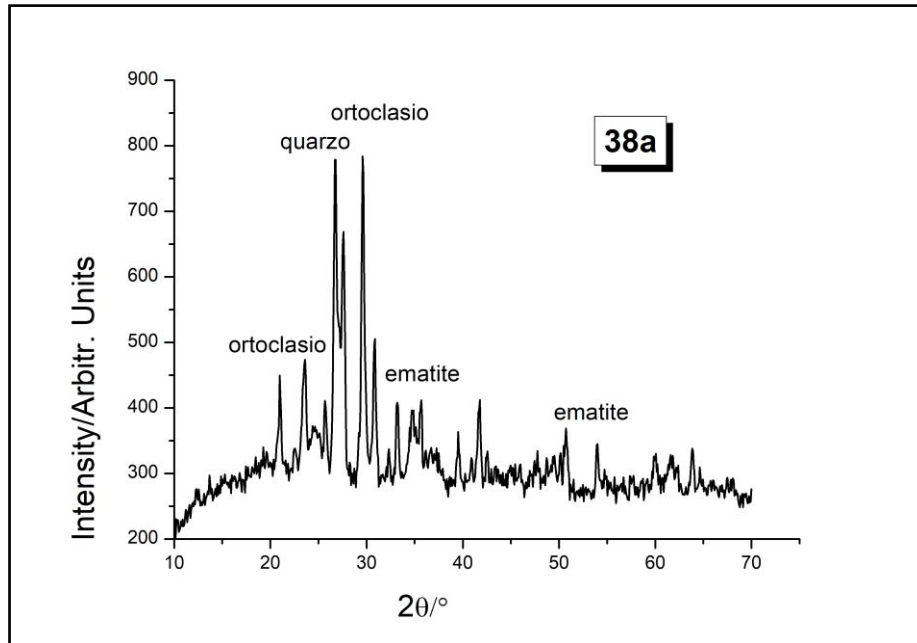


Fig.3 Spettro XRD del campione 38a

CAMPIONE N. 38b-AHO

Provenienza: Kasbah antica di Aouli

coordinate geografiche (generiche): 32°49'28.05"N - 4°34'6.51"O)

In particolare il campione 38b, prelevato all'interno della Kasbah ha le caratteristiche di un materiale lapideo della zona con una struttura lamellare di colore grigio-verde, Fig. 1,



Fig.13 frammento litico da Aouli, denominato Campione 38b

L'analisi alla diffrazione RX, Fig.2, ha messo in evidenza la composizione tipica dello scisto, con presenza di illite, albite e clinocloro. Si tratta quindi di un materiale lapideo comune nella regione dove è situata la miniera di Ahouli.

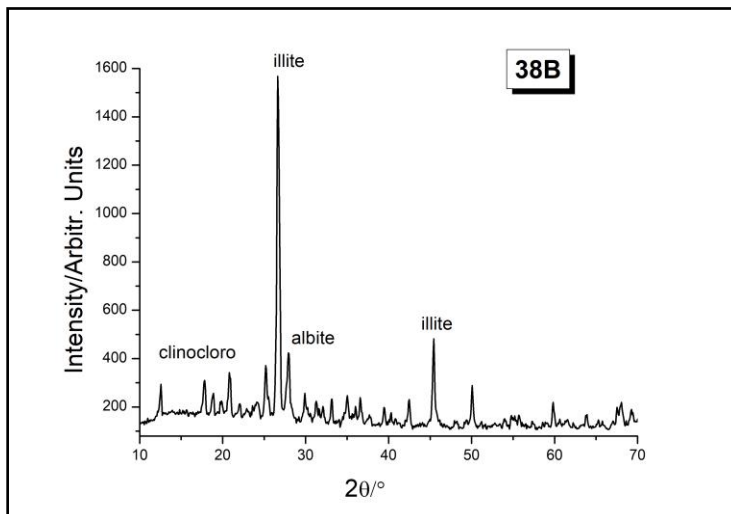


Fig2Spettro XRD del campione 38b

CAMPIONE N. 38h-AHO

Provenienza: Kasbah antica di Aouli

coordinate geografiche: 32°49'28.05"N - 4°34'6.51"O

È un frammento di una delle rocce maggiormente presenti nella regione dove è situata la miniera. A una osservazione autoptica la morfologia risulta molto porosa, indice di un forte riscaldamento.



Fig.4. Frammento roccioso, denominato campione 38h

Il componente principale, identificato dall'analisi XRD è la riolite, una roccia composta da quarzo, calcite e anortite.

Va sottolineato che la riolite è una delle rocce più abbondanti nell'area in cui si trova tale miniera.

CAMPIONE N. 39a-Mib

Provenienza: Mibladen nell'area della prima miniera

Una scoria con particolari caratteristiche è stata campionata a Mibladen nell'area della (prima miniera) Fig. 1, (coordinate geografiche: 32°46'43.51"N - 4°36'47.79"O)

Il frammento ha aspetto vetroso e colore prevalentemente nero, con alcune zone aranciate. Non presenta degrado.



Fig. 1. Scoria prelevata nella prima miniera Mibladen, denominata campione 39a

La scoria è stata analizzata la tecnica SEM che ha permesso di individuare, nelle osservazioni in elettroni retrodiffusi, la differenza delle strutture in essa presenti in base al diverso contrasto legato alla differenza di peso atomico, ciò che ha consentito di effettuare l'analisi EDS in zone omogenee per composizione (Fig. 2).

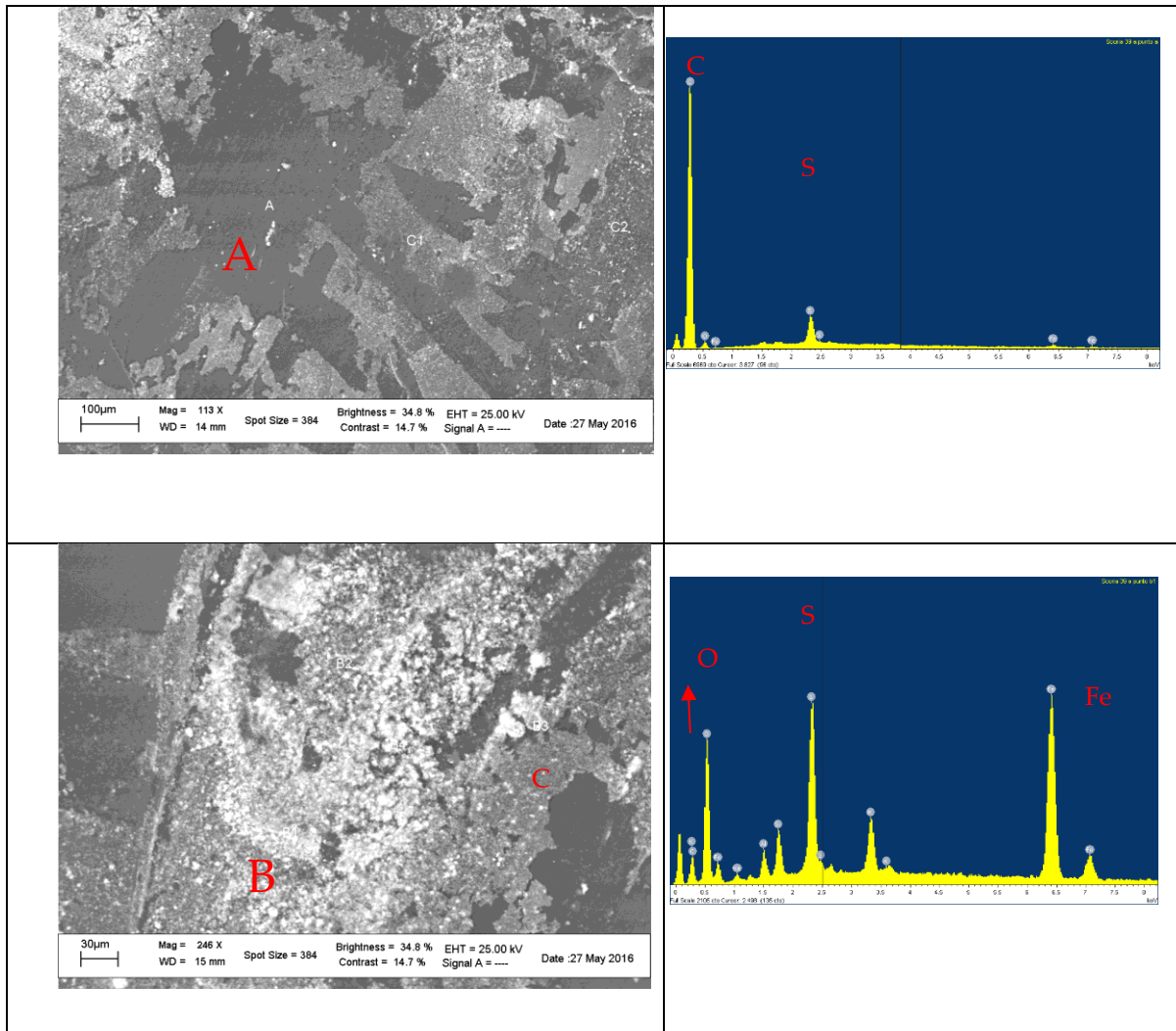


Fig. 2: immagine SEM in elettroni retrodiffusi con indicate le aree sottoposte ad analisi EDS

L'area A presenta come elemento principale il carbonio. Nei punti analizzati è presente lo zolfo, soprattutto nel punto B, dove sono presenti micro particelle dal contrasto chiaro nell'immagine in elettroni retrodiffusi, che sono riconducibili a composti di ferro.

La valutazione semiquantitativa (Tab. I) non lascia dubbi sull'attribuzione delle due fasi presenti nel campione, una costituita soltanto da carbonio e l'altra pertinente a ossidi di ferro.

TAB. I: percentuale in peso (wt% \pm 0.2) degli elementi riscontrati con l'analisi EDS nelle aree indicate nelle immagini SEM

	C	O	Na	Al	Si	S	K	Fe
A	88.6	9.2	-	-	-	1.8	-	0.5
B	18.9	42.2	1.0	1.7	2.2	8.2	2.8	23.0

Analisi EDS hanno trovato conferma dall'analisi XRD che ha rilevato il segnale della grafite, Fig. 3, e nessuna altra struttura cristallina.

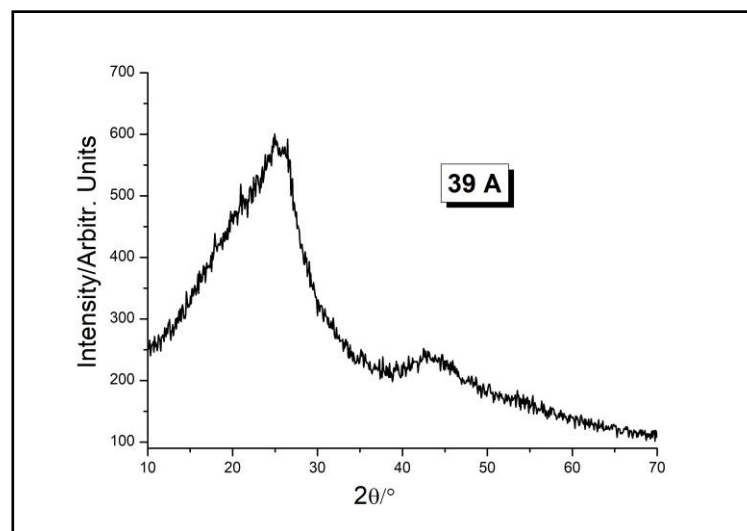


Fig. 3 Spettro XRD del campione 39°

La mancanza di particolari microstrutture visibili macroscopicamente o al SEM non ha, però, consentito per ora di ipotizzare una sua attribuzione a una determinata tipologia.

CAMPIONE N. 39d MIB

Provenienza: Mibladen nell'area della prima miniera

La scoria giaceva nell'area della prima miniera di Mibladen. Ha un aspetto compatto e non presenta porosità. Il colore è marrone-rossiccio con inclusi di noduli bianchi localizzati in tutto il campione (Fig. 1). Il campione non presenta forme di degrado.



Fig. 1. Scoria da Mibladen (prima miniera) denominata 39d

La scoria è stata tagliata per permettere di analizzare la parte interna che presentava all'esame visivo due fasi strutturali: in frattura presenta un grande granulo bianco nel frammento di maggiori dimensioni e altri più piccoli nel frammento di minori dimensioni Fig. 2.



Fig. 2. Separazione del frammento da analizzare denominato campione 39d

Prima di sottoporre il campione a indagini XRD per l'individuazione dei minerali componenti, si è eseguita un'indagine morfologica mediante stereomicroscopio.

L'evidente presenza di più fasi ha fatto privilegiare l'indagine al SEM-EDS per individuare le differenti fasi caratterizzandone anche la micromorfologia, se non addirittura la struttura. Si è avuto così modo di determinare, mediante l'analisi EDS, la composizione elementare di ciascuna fase (Figg. 3, 5).

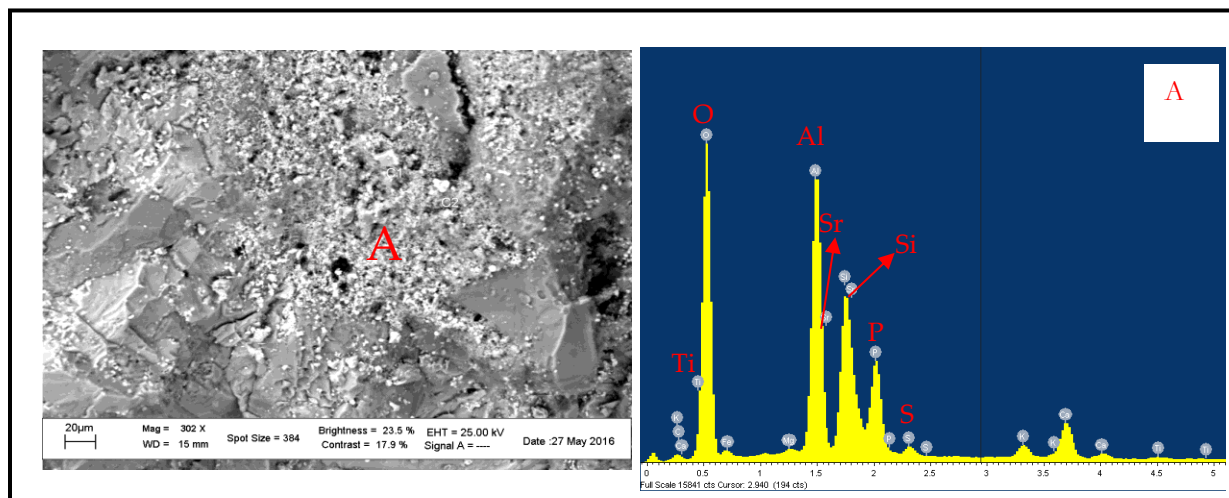


Fig. 3. Immagine SEM in elettroni retrodiffusi con indicate l'area sottoposte ad analisi EDS

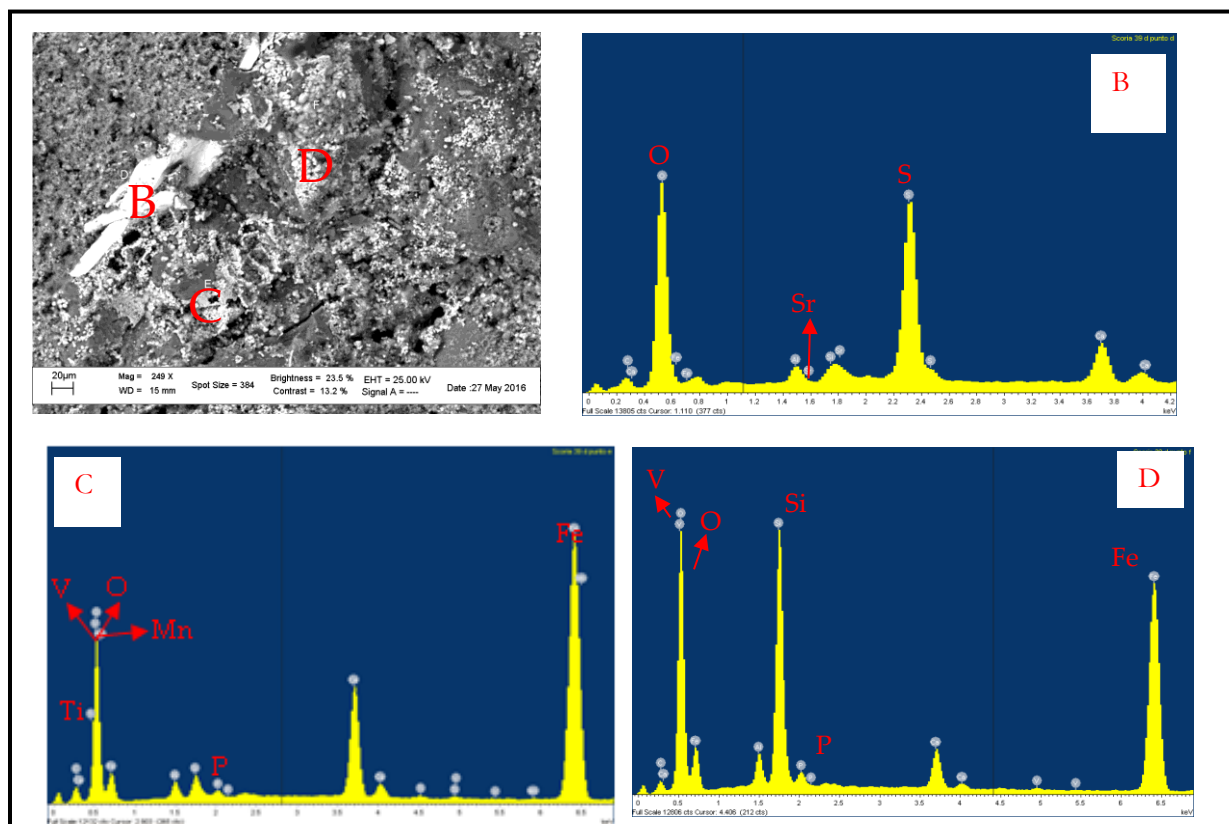


Fig. 4. Immagine SEM con indicate le aree analizzate

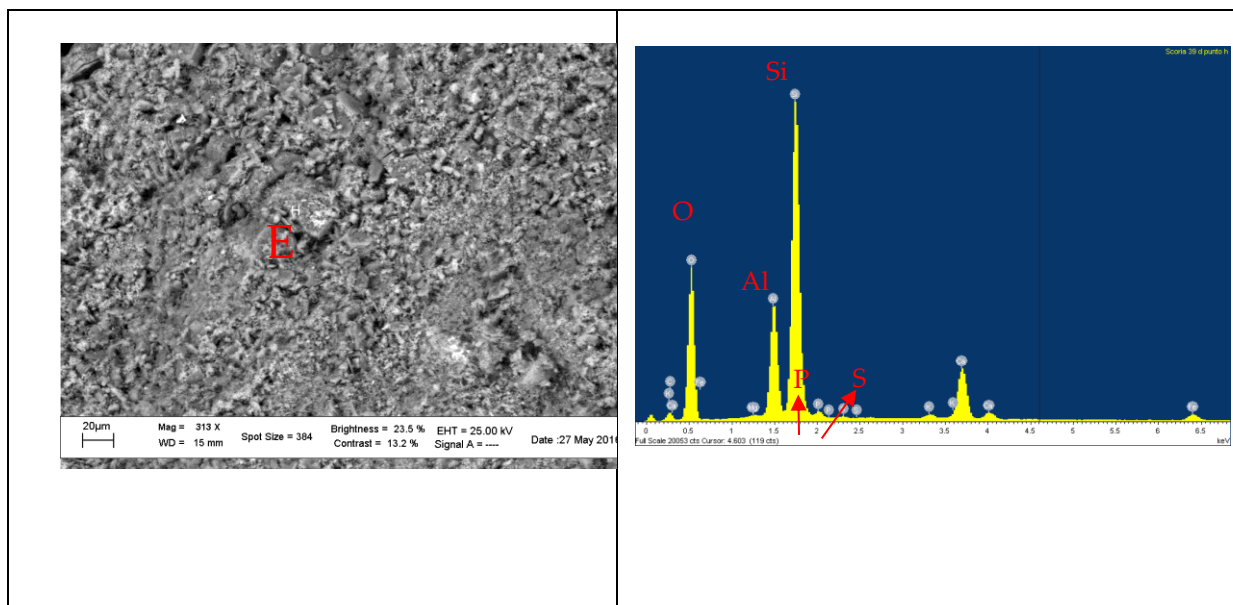


Fig. 5. immagine SEM in elettroni retrodiffusi con indicate l'area sottoposta ad analisi EDS

TAB. I Percentuale in peso (wt% \pm 0.2) degli elementi individuati con l'analisi EDS nelle aree indicate nelle immagini SEM

	C	O	Al	Si	P	S	Ca	V	Ti	Mn	Fe	Sr
A	2.4	61.6	12.2	7.1	5.5	0.5	1.8	-	0.1	-	2.6	5.3
B	10.9	68.6	1.3	0.9	-	11.4	3.3	-	-	-	2.1	1.4
C	9.1	43.0	1.4	1.4	0.4	-	6.6	0.1	0.2	0.2	37.6	-
D	7.7	50.5	1.9	12.8	0.9	-	2.0	0.2	-	-	24.2	-
E	10.1	56.5	7.1	20.4	0.6	0.1	3.9	-	-	-	1.0	-

Nei punti C, D e H è stato rilevato lo zolfo e, nei punti C e D è presente lo stronzio come elemento in traccia; il punto C presenta tra gli elementi maggioritari silicio e alluminio. I punti C e D presentano, invece, tra gli elementi principali il ferro, lasciando ipotizzare che le particelle bianche siano costituite da ossidi di ferro, ipotesi confermata dalle analisi XRD, Fig.6. Nelle aree C e D è anche presente il vanadio come elemento in traccia a cui si aggiungono, nel punto C, anche il manganese e il titanio. Nell'area E presenta, come elemento più abbondante, il silicio. Il fosforo è stato rilevato in tutti i punti analizzati, tranne il punto B con percentuali comprese tra 0.4 e 5.5, valori che probabilmente indicano un'aggiunta intenzionale di composti

in polvere (probabilmente ossa triturate) per diminuire la temperatura di fusione dei minerali e facilitare l'estrazione dell'elemento metallico.

Tale campione potrebbe far parte della ganga, in quanto presenta elementi tipici della zona dove è situata la miniera di Mibladen, come ad esempio il vanadio.

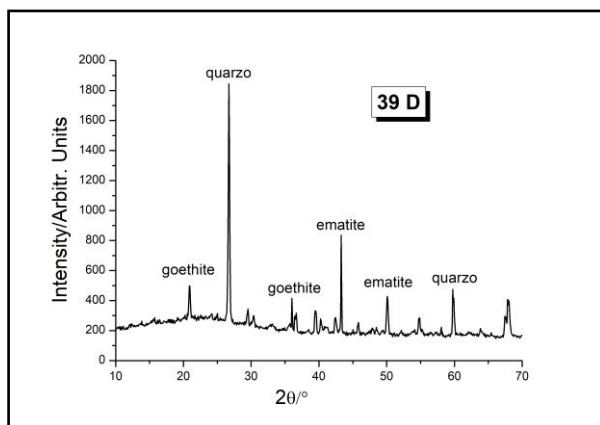


Fig.6 Spettro XRD del campione 39d

2 EQUIPE E FORTUNA DELLA RICERCA

La ricerca svolta fa parte di un ampio studio multidisciplinare, finalizzato alla ricerca di centri culturali delle regioni del Marocco interessate dall'influenza e dalla presenza dei Fenici e dei Punici, concentrandosi sulle localizzazioni di attività metallurgiche, le cui modalità possono essere state influenzate o attribuibili a queste culture e dall'identificazione di elementi comuni.

La realizzazione di questa tesi dottorale, la cui tematica si è sviluppata nell'ambito della partecipazione al Progetto: “Les anciennes mines du Maroc: étude archéologique et archéométrique : des minéraux aux artefacts métalliques” dell'ISMA-CNR assieme a l'INSAP e a l'Université Moulay Ismail de Meknès (diretto da Abdelilah Dekayir geologo e responsabile del progetto da parte marocchina in coodirezione con Lorenza Ilia Manfredi primo ricercatore del CNR (ISCIMA-CNR), ha seguito un percorso pluridirezionale abbracciando campi di indagine finora affrontati singolarmente, ma che riuniti, hanno portato a dei risultati inediti per l'archeologia del Marocco Centrale.

Forza e complessità della ricerca risiedono nella pluridisciplinarietà dell'argomento che spazia tra l'archeologia di stampo classico, a quella del paesaggio, alla geologia, alla topografia e alla fotogrammetria, fino ad arrivare alle competenze tecniche di utilizzo di software GIS e di strumenti analitici archeometrici.

Per affrontare il lavoro, con la modestia di non essere un conoscitore di ciascun campo, ho partecipato ad ogni fase di attività, seguendo sul terreno prospezioni tecniche, imparando l'uso di specifiche strumentazioni, seguendo personalmente in laboratorio le fasi delle determinazioni sperimentali chimico fisiche. Sono così venuta in contatto con specialisti dei vari settori, apprendendo nozioni, al di fuori del percorso universitario, che mi hanno permesso di accrescere la mia preparazione e di comprendere la moderna innovazione degli studi archeologici classici.

Attività in Laboratori di ricerca



ISCIMA (Istituto per lo Studio delle Civiltà Italiane e del Mediterraneo. CNR (Consiglio Nazionale delle Ricerche), Montelibretti (Italia).



ISMN (Istituto per lo studio dei materiali nanostrutturati). CNR (Consiglio Nazionale delle Ricerche) Montelibretti (Italia).



Servizio di microscopia elettronica a scansione e microanalisi elettronica (SEM-EDS) del Dipartimento di Chimica, Università di Roma “Sapienza”.



Studio di diagnostica per i Beni Culturali C. Meucci

Proprio questa sinergia di campi di studio ha creato una difficoltà logistica di coordinamento delle figure professionali coinvolte, permettendomi di sviluppare capacità organizzative e di contatto con esperti di discipline diverse. Questa caratteristica e la frequentazione di laboratori universitari nell’ambito del Corso di Scienze Applicate ai Beni Culturali ed alla Diagnostica per la loro Conservazione della Università di Roma Sapienza, che ha permesso di svolgere la funzione di tutor per la parte archeologica, di tesi di laurea, in particolare:

Tesi di laurea magistrale:



Procedure di analisi statistica e spaziale in supporto agli studi sulla produzione metallurgica fenicio-punica nel mediterraneo occidentale – Anno Accademico 2012-2013 candidato: Valerio Graziani



Lo studio dei reperti da sito di Ighrama Aousser (Marocco) come completamento alla prospezione archeologica 2013-2014. Anno Accademico 2013-2014 candidato: Roberta Sulpizio.



Il contributo delle elaborazioni GIS nella comprensione delle attività metallurgiche in Marocco. Anno Accademico 2015-2016 candidato: Chiara Lucarelli.

Tesi di laurea triennale



Approccio analitico all’interpretazione dei processi metallurgici del sito di Aouam (Marocco). Anno Accademico 2015-2016 candidato: Bruna Leoncini

Tesi di Dottorato



Dottorato: Scienze Applicate per la protezione dell’Ambiente e dei Beni Culturali: Dipartimento Scienza della Terra Università Sapienza di Roma e Centro di Geofisica Universidade de Evora (Portogallo) XXV ciclo, Indagine Archeometrica per studi di provenienza della metallurgia del rame nelle Culture fenicia e punica. Anno Accademico 2013-2014 candidato Angela Celauro.

Gli aspetti tematici della ricerca sono stati oggetto di presentazioni a convegni di carattere nazionale ed internazionale e di alcuni articoli:



MANFREDI L. - FERRO D. - CELAURO A. - SUSANNA F. 2012

Presentazione ufficiale Del Progetto bilaterale biennale tra CNR/CNRST (Morocco) sulle antiche miniere del Marocco centrale, 5 settembre 2012, CNR Montelibretti



SCHIAVON, N. - CELAURO A. - MANSO, M. - BRUNETTI, A. - SUSANNA F. 2013: Early Iron

Age bronze statuettes in Southern Portugal: Combining archaeological data with EDXRF and BSEM+EDS to assess provenance and production technology, Journal: Applied Physics Part A, DOI: 10.1007/s00339-013-7747-7



CELAURO A. - SCHIAVON N. - BRUNETTI A. - MANFREDI L.I. - SUSANNA F. - DEKAYIR A.

- GRAZIANI, V. - FERRO, D. 2014: Applied Physics A March 2014, Volume 114, Issue 3, pp 711-722



SULPIZIO, R. - FERRO, D. - BRUNETTI, B. - SUSANNA, F. 2016: “Interpretazioni analitiche

su varie tipologie di materiali fittili dal sito di Ighram Aousser–Marocco”, in Manfredi, L. I.; Festuccia, S. (eds.), *AOUAM I. Rapport préliminaire de la première campagne de prospection et de fouille dans la zone minière du Jebel Aouam*, BraDypUS Communicating Cultural Heritage, Bologna, 81-93.



CELAURO, A. - MEROLA, P. - SUSANNA, F. 2016: “Les prospections archéométriques et

archéologiques”, in Manfredi, L. I.; Festuccia, S. (eds.), *AOUAM I. Rapport préliminaire de la première campagne de prospection et de fouille dans la zone minière du Jebel Aouam*, BraDypUS Communicating Cultural Heritage, Bologna, 31-44.



MANFREDI, L. I. – SEGHIR, M. – SUSANNA, F. 2016: « fouilles de la ville fortifiée de Ighram

Aousser », in Manfredi, L. I.; Festuccia, S. (eds.), *AOUAM I. Rapport préliminaire de la première campagne de prospection et de fouille dans la zone minière du Jebel Aouam*, BraDypUS Communicating Cultural Heritage, Bologna, 57-62.



LUCARELLI, C. – FERRO, D. – DECARO, T.- SUSANNA, F. 2016: The contribution of GIS

for the comprehension of metallurgical activities in Morocco, CMA4CH Mediterranean Meeting 6° Ed. Roma 2016



SUSANNA, F., 2018: Territorio ed economia del Marocco pre-romano: studio di

archeologia del paesaggio e delle risorse nella regione di Meknès, Taller doctoral IX Congreso de Fenios y Punicos Mérida (Badajoz, España) octubre 2018



LUCARELLI, C - SUSANNA, F. - DE CARO T. - FERRO D. 2018; Analytical contribution to the understanding of metallurgical activities in central Morocco in the pre-Roman period IX Congreso de Estudios Fenios y Punicos Mérida (Badajoz, España) 22-25 octubre.

Questo studio ha così permesso l'apertura verso una nuova prospettiva di ricerca che, benché limitata ad un solo marker economico, quello dei metalli, ha aperto nuove visioni e prospettive di studio in un contesto storico molto complesso.

In questo panorama vasto e disomogeneo, il lavoro di tesi ha anche la funzione di collegare i precedenti studi svolti in un lasso di tempo centenario, riorganizzarli criticamente al fine di comprendere la realtà di un paese fino ad ora poco interessato nella sua fase di occupazione pre-romana.

L'intento è stato anche quello di creare in un'unica opera, uno strumento che potesse essere utilizzato parallelamente su diversi piani di lettura da diversi profili professionali. A tal guisa importante e innovativa è stata la creazione di un protocollo analitico che, se applicato in egual maniera in tutti gli studi futuri, potrebbe fornire elementi paradigmatici da utilizzare come una base di partenza per le ricerche specifiche in materia.

Quando il progetto ha avuto inizio si pensava di raggiungere dei risultati più netti e facili, in realtà la strada è stata impervia, la discronia dei dati archeologici non ha reso immediata la raccolta delle informazioni basilari e, seppure con molta fatica, si è giunti a collegare le attestazioni mauretane con il mondo punico. Inoltre la mancanza di tracce antiche di lavorazione nelle miniere, cancellate dai lavori moderni o dalle depredazioni, la difficoltà di accesso ai luoghi, considerati "tesori della terra", ha creato non poche difficoltà per arrivare ai risultati ottenuti.

Nonostante tutto però il risultato raggiunto è importante, si è riusciti infatti a proporre nuove considerazioni circa l'influenza punica ed iberopunica in un'area dove non ve ne era traccia, permettendo così di avere una lettura più ampia del territorio che ha portato al riconoscimento di nuove regioni interessate dal sistema commerciale occidentale. Infine, ma non meno rilevante, attraverso questo lavoro si è riusciti a far emergere l'importanza e la valenza della componente autoctona, non più vista indirettamente dagli occhi del colonizzatore come ostile e violenta, ma sviluppata in un sistema di tipo *chiefdom* e integrata in una rete di relazioni economiche di ampio respiro.