

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MÉXICO

67
2ej.

FACULTAD DE QUÍMICA

4722
BIBL.

**CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES ANTIGUOS DE
CONSTRUCCIÓN**

TESIS

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO QUIMICO**

PRESENTA:

GENARO GARCÍA TECO



MÉXICO, D.F.

**EXAMENES PROFESIONALES
FAC. DE QUÍMICA**

1998.

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

266238



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

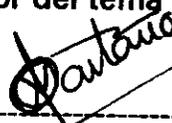
Jurado asignado

Presidente	Prof. María Asunción Castellanos Román
Vocal	Prof. Victor Manuel Castaño Meneses
Secretario	Prof. María Elena Villafuerte y Castrejón
1er. Suplente	Prof. Erick Mauricio Rivera Muñoz
2o. Suplente	Prof. Nicolas Ruíz Fuentes

Sitio donde se desarrolló el tema

Instituto de Física, UNAM.

Asesor del tema



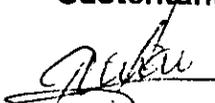
Dr. Victor Manuel Castaño Meneses

Supervisor Técnico



I.Q. Lidia Ortiz Velázquez

Sustentante



Genaro García Teco

A Dios por darme la oportunidad de vivir.

A mis padres:

Natalia Tecu Aldama
Antonio Garcia Sanchez

Que en todo momento me apoyaron.

A mis hermanos:

Tomas, Silvia, Antonio,
Veronica, Laura, Sandra,
Jesús.

Por soportarme y ayudarme en todo momento.

A Lidia Ortiz Velázquez:

Por apoyarme en la realización de esta tesis,
Pero sobre todo por su amistad.

A mis amigos del C-C-H-Naucahpan,
de la Facultad de Química, del Instituto de Física:

Gustavo González, Martín Ólvera, Mario Armando, Erick Cruz, Sandra Selene,
Nancy Arias, Alejandro Avila, Ricardo Diaz, Ricardo Martinez, Daniel Carrillo,
Manuel Olivares, Domingo, y a quienes de una u otra forma me brindaron su
amistad.

AGRADECIMIENTOS:

Al Dr. Víctor Castaño, director de la tesis, por su apoyo brindado en todo momento.

Al Dr. Juan Benito Artigas por haberme dado la oportunidad de llevar a cabo este proyecto.

A la I. Q. Lidia Ortiz Velázquez por todo el tiempo que me brindo en la realización de esta tesis.

A los sinodales M. en C. María Asunción Castellanos y Dra. María Elena Villafuerte por su tiempo para leer este trabajo.

A la M.en C. Jaqueline Cañetas por su ayuda en la obtención de resultados con el Microscopio Electrónico de Barrido.

Al M. en C. Demetrio Mendoza por su ayuda en la obtención de resultados en Microanálisis por medio de SEM.

A la I.Q. Leticia Baños por su apoyo técnico y la obtención de resultados de Rayos X.

A la Dra. María Antonieta Mondragón por las facilidades dadas para la utilización del Espectrofotómetro.

Al Dr. José Reyes por las facilidades dadas, para utilizar el cuarto oscuro.

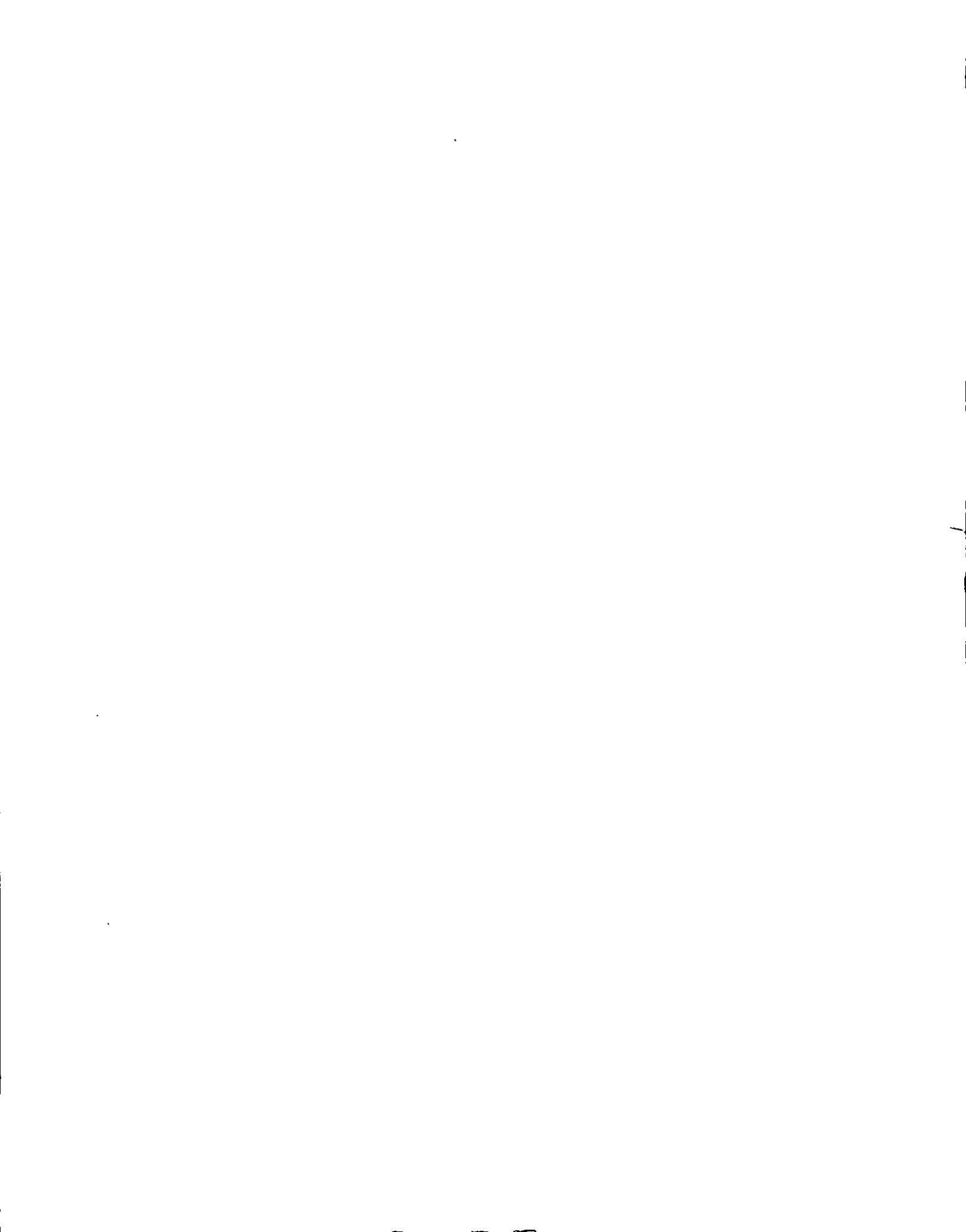
A Pedro Mexia y Carlos por su apoyo en lo relacionado a la fotografía.

Al Físico Roberto Hernández por sus asesorías de Microscopía.

Al M. en C. Erick Mauricio Rivera por sus comentarios acerca de la tesis.

A la Sra. Lupita Zarza por ser una excelente secretaria.

A la Facultad de Química, al Instituto de Física, a la Universidad Nacional Autónoma de México, por haberme dado la oportunidad de realizarme profesionalmente.



CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES ANTIGUOS DE CONSTRUCCIÓN

INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO 1. ELABORACIÓN DE MURALES DE LA ÉPOCA VIRREINAL (SIGLO XVI)	4
1.1 BREVE RESEÑA DE LA ELABORACIÓN DE MURALES DE LA ÉPOCA VIRREINAL	4
1.2 CAPILLA DE SANTA MARÍA XOXOTECO .	7
1.3 TÉCNICAS PICTÓRICAS EMPLEADAS EN LA ELABORACIÓN DE MURALES DE LA ÉPOCA VIRREINAL	8
1.4 PIGMENTOS MINERALES	10
CAPÍTULO 2. MICROSCOPIA ÓPTICA	11
2.1 FUNDAMENTOS DE LA MICROSCOPIA ÓPTICA	11
2.2 DESARROLLO EXPERIMENTAL	12
2.2.1 EQUIPO UTILIZADO	12
2.2.2 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA	13
2.3 RESULTADOS EXPERIMENTALES	13
2.4 ANÁLISIS DE RESULTADOS	24
CAPÍTULO 3. MICROANÁLISIS A TRAVÉS DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	25
3.1 FUNDAMENTOS DE MICROANÁLISIS A TRAVÉS DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	25
3.1.1 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	25
3.1.2 MICROANÁLISIS	27
3.2 DESARROLLO EXPERIMENTAL	28
3.2.1 EQUIPO UTILIZADO	28
3.2.2 PREPARACIÓN DE MUESTRAS	29
3.3 RESULTADOS EXPERIMENTALES	30
3.4 ANÁLISIS DE RESULTADOS	43
CAPÍTULO 4. ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FTIR)	44
4.1 FUNDAMENTOS DE LA ESPECTROSCOPIA INFRARROJA	44
4.2 DESARROLLO EXPERIMENTAL	45
4.2.1 EQUIPO UTILIZADO	45
4.2.2 PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS	47
4.3 RESULTADOS EXPERIMENTALES	47
4.4 ANÁLISIS DE RESULTADOS	54

CAPÍTULO 5. DIFRACCIÓN DE RAYOS X	55
5.1 FUNDAMENTOS DE LA DIFRACCIÓN DE RAYOS X	55
5.2 MÉTODO DE POLVOS	56
5.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL	57
5.3.1 EQUIPO UTILIZADO	57
5.3.2 PREPARACIÓN DE MUESTRAS	58
5.4 RESULTADOS EXPERIMENTALES	59
5.5 ANÁLISIS DE RESULTADOS	80
CONCLUSIONES	81
APÉNDICE	83
BIBLIOGRAFÍA	93

INTRODUCCIÓN

Debido a la riqueza cultural e histórica con la que cuenta nuestro país, la preservación de monumentos antiguos, representa un trabajo de suma importancia, ya que constituyen el patrimonio cultural de presentes y futuras generaciones, a la vez que son fuente de conocimiento.

Dichos monumentos han tenido grandes deterioros debido a su antigüedad; la degradación de los materiales por el medio ambiente a través del tiempo, es un fenómeno que abarca todos los ámbitos de la actividad humana, los agentes de deterioro se encuentran encabezados por la humedad y las variaciones de temperatura.

A partir de la interpretación de las características microestructurales y la composición química de los materiales podemos conocer sus propiedades y también interpretar su procesamiento. En este caso es importante conocer el proceso y las principales características de los materiales para poder llevar a cabo una mejor restauración.(Fig. 1)

En particular, el estudio de las pinturas murales que datan de la Época Virreinal, constituye una parte fundamental para el conocimiento del arte en aquella época.

Las muestras a estudiar en esta tesis fueron tomadas de la Capilla de Santa María Xoxoteco.

Xoxoteco se encuentra en la Sierra de Metztlán (Figura 2) en el Estado de Hidalgo y corresponde hoy al municipio de Metzquitlán lugar por donde pasa la carretera México-Pachuca-Tampico.

El significado de Xoxoteco, en lengua náhuatl, es: "En la orilla de la verdura" y efectivamente queda así muy bien descrito el paraje en que se asienta la población.

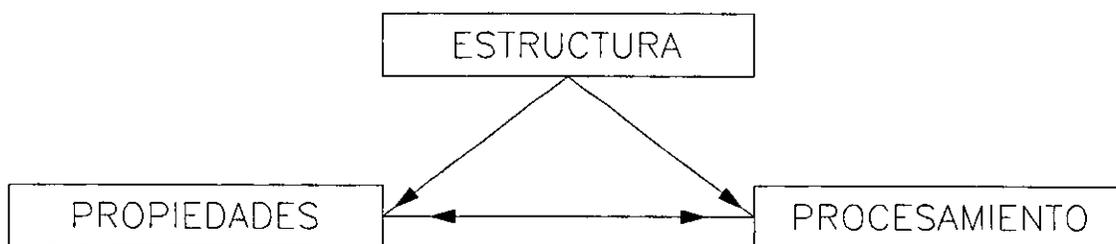


Fig. 1 Esquema de la ciencia en materiales



Figura 2. Ubicación de Santa María Xoxoteco

El objetivo de la presente tesis es la caracterización de una serie de muestras de pinturas murales de la Época Virreinal, para conocer el tipo de materiales de los cuales están constituidas y así poder sugerir que técnica pictórica se utilizó en la elaboración de las mismas, para llevar a cabo su restauración y conservación.

Los colores que predominan en los murales de la Capilla y por lo tanto fueron el objeto de estudio para esta tesis son: verde, amarillo, rojo, naranja, negro y café.

El color verde (se obtuvo del friso inferior, hojarasca); el color amarillo (se obtuvo de la parte superior de la entrada, calvario); la muestra de color rojo (fué tomada del friso inferior, escudo); el color naranja (se obtuvo del friso inferior, bote pebetero); el color negro (se obtuvo del friso inferior, junto a la puerta de sacristía); y por último la muestra de color café (fue tomada del friso inferior, pie de demonio).

La presente tesis está ordenada de la siguiente forma:

La elaboración de murales en la Época Virreinal (siglo XVI) se describe en el Capítulo 1.

En el Capítulo 2. Se realizó un análisis por Microscopía Óptica para conocer las propiedades físicas de las pinturas.

Por medio de Microanálisis a través de Microscopía Electrónica de Barrido podemos conocer los elementos presentes en cada muestra así como la concentración de los mismos, además de conocer la morfología y el tamaño de las partículas, que es lo que se muestra en el capítulo 3.

En el Capítulo 4.- Se pueden conocer compuestos ó grupos mineralógicos presentes en las muestras, esto por medio de la técnica de Espectroscopía de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR).

Por medio de Difracción de Rayos X se puede conocer la cristalinidad y la composición de las fases cristalinas, lo anterior se encuentra en el Capítulo 5.

CAPÍTULO 1.

ELABORACIÓN DE MURALES EN LA ÉPOCA VIRREINAL (SIGLO XVI)

1.1 BREVE RESEÑA DE LA ELABORACIÓN DE MURALES EN LA ÉPOCA VIRREINAL.

Para comprender la importancia que tuvo la pintura mural en los conventos novohispanos del siglo XVI, no es suficiente realizar sólo los estudios estéticos, temáticos o históricos de ella, pues existen dentro de estos mismos rubros, otros aspectos de carácter fundamental todavía no evaluados, que pueden contribuir a la comprensión de varios problemas que surgieron en torno a las tareas en que tomaron parte frailes e indios.

Manuel Toussaint escribió:

"La pintura se usó con gran abundancia en los primeros tiempos para predicar a los indios", pero también consideró que los indígenas necesitaban ser atraídos por los monasterios que construyeron bajo la dirección de los misioneros: "era indispensable que los nuevos templos fueran atractivos, que llenasen la imaginación de los indios y por ningún motivo fuesen inferiores en esplendor a los teocallis (lugar de reunión para practicar su religión los indígenas) que aún por muchos sitios se veían."¹

Para fundamentar la idea de que los responsables de la pintura mural fueron los indígenas jóvenes. Primero se estudia la trascendencia que tuvo el encalado de los muros, tanto si se prepararon para pintar sobre su superficie los temas decorativos y las escenas religiosas, como si tal trabajo se hizo para conservar en buen estado las paredes. En segundo lugar se analiza la magnitud de la superficie pintada; se explica su importancia en relación con los factores económicos, sociales y religiosos.

Al caer Tenochtitlan, en 1521, los mexicas y todos los pueblos dominados por éstos, en lo que hoy es la República Mexicana, quedaron bajo el control de Hernán Cortés, quien escribió al Rey Carlos V pidiéndole que enviara frailes para implantar la religión cristiana en los nuevos dominios de España.

Los primeros frailes aprendieron el náhuatl por ser el idioma más conocido y con mayor difusión, a causa del dominio que ejercían los mexicas sobre otros pueblos. Los indígenas eran intensamente religiosos y el sacrificio humano era una de las principales muestras de devoción a los dioses que adoraban. Este hecho horrorizó a los frailes, por lo cual se propusieron destruir las creencias ancestrales.¹

La tarea no fue fácil, puesto que los sacerdotes indígenas, llamados por los españoles "papas" o "alfaquíes", predicaban en contra de los europeos y amenazaban a su pueblo con castigos si traicionaban a sus dioses.

Ante tales hechos, los misioneros después de uno o dos años que les tomó aprender el náhuatl suficiente para predicar, empezaron a recoger niños y jóvenes indígenas para convertirlos a la religión cristiana.

El lugar principal de estas reuniones eran los claustros, pues allí, a la manera medieval, crearon los frailes la escuela interna: en ella vivían y comían los niños y jóvenes, hijos de los gobernantes y de la clase noble, para poder educarlos con mayor esmero.

En los atrios de los conventos se encontraba la escuela externa, en la que diariamente, dos horas por la mañana, se enseñaba la doctrina a los hijos de las clases bajas.

La serie de enfermedades traídas por los españoles influyó en el ánimo de los misioneros para acelerar la evangelización de los indígenas, a causa de que había decesos de los mismos en grandes cantidades sin haberse convertido ni bautizado.

El factor económico influyó igualmente en la evangelización puesto que los frailes no disponían de dinero alguno, y aunque la autoridad española les ayudaba con lo indispensable, la gente de las poblaciones donde se establecían para iniciar la cristianización les proveía de todo. Para la construcción de los conventos, los indígenas proporcionaron todos los materiales y su fuerza de trabajo.

Entre 1540 y 1559, las órdenes mendicantes de Franciscanos, Dominicos y Agustinos ya habían construido 160 conventos en total. En los más importantes, se había realizado gran número de pinturas murales, cuya superficie se ha calculado entre 250 y 400 mil metros cuadrados, correspondiendo entre mil a tres mil metros cuadrados por edificio.

Es conveniente aclarar que en la evaluación de las superficies no se tomaron en cuenta algunas partes de los conventos tales como las bóvedas interiores o las exteriores pensando que en varios de ellos hubo techumbres de madera, lo mismo que en los corredores de los claustros y también se exceptuaron las superficies de las capillas abiertas.

Para lograr esta gran tarea de las pinturas murales, los misioneros planearon cuidadosamente los ciclos con las escenas del Nuevo y el Antiguo Testamento que se representarían en los muros de los conventos. Todas ellas tenían por objeto enseñar, de manera "audiovisual" el significado de la vida de Jesús y de la Virgen, así como la de los santos, siempre en relación con la salvación del ser humano.

Observados así los hechos, es lógico pensar que los misioneros, aún contando con la ayuda indígena, no hubieran podido sufragar los gastos enormes que supone la realización de miles y miles de metros cuadrados de pintura, si hubiesen tenido que pagar a pintores europeos. Pero todavía más significativo fué el hecho de que durante el periodo en que hicieron falta las imágenes, el número de pintores de mediana categoría llegados a la Nueva España era mínimo, apenas tres o cinco.¹

Por medio de sus alumnos, los frailes supieron también que en las escuelas del Calmécac (del náhuatl: "casas en hilera"), el uso de imágenes coloridas era parte importante de la educación prehispánica, en sustitución del alfabeto del cual carecían, y se valían de ellas para ilustrar sus actividades por medio de figuras de diverso tipo. Los indígenas de alto estrato social y los escogidos por sus cualidades, desde muy niños habían aprendido allí a expresar su historia, su religión, su economía, sus leyes, el linaje de los señores, la astrología indiana, las interpretaciones de los sueños, la elaboración y el uso de los calendarios. Esas imágenes coloridas hoy llamadas códices, fueron destruidos por los conquistadores y por los misioneros, por considerarlos como cosas de idolatría.²

En los Calmécac los indígenas estudiaban también las "artes u oficios mecánicos", entre los cuales se encontraban la escultura, la pintura, la arquitectura y la plumaria. Estudiaban las técnicas de pintar al fresco y al seco (temple). Conocían a la perfección el manejo de los colores, dónde se obtenían y cómo se preparaban. Al conocer las cualidades de la educación indígena, los misioneros adoptaron y adaptaron al sistema escolar monástico algunas de las normas precolombinas.²

Al emplear este sistema mixto de educación fué muy sencillo enseñar a los jóvenes pintores a realizar las escenas murales, y para ello emplearon como modelos los grabados que contenían los libros utilizados por los frailes, como: Los Libros de Horas, los diversos Comentarios, las ediciones de la Biblia y muchos más.

Los frailes, aprovechando las excelentes habilidades de sus alumnos, se apoyaron en ellos para pintar los monasterios de Tetzaco, Tlaxcala, Huejotzingo, Cuernavaca, Xochimilco, Tepeaca, Tepeapulco, Tlalmanalco, Cholula, entre otros. La mayor parte de la técnica utilizada era al fresco, aunque también hubo obras al temple (seco), como en las obras del Sotocoro de Tecamachalco, Puebla, debidas al indígena Juan Gersón (1562). Otro detalle precolombino fue el intenso bruñido, tanto de las pinturas como de los muros sin pintura de los monasterios.³

Aunque hay una corriente crítica que atribuye las figuras correctamente realizadas a maestros europeos y las más burdas a los indígenas, se puede señalar finalmente que la realización de las pinturas monásticas del siglo XVI, se debieron al artista indocristiano (el pintor de conventos que se formó en dos escuelas: la prehispánica y la monástica).³

1.2 CAPILLA DE SANTA MARÍA XOXOTECO.

La Capilla de Santa María Xoxoteco se encuentra en la Sierra de Metztlán en el Estado de Hidalgo.

La Iglesia es un prisma sencillo, en el interior de la misma las cabeceras son rectangulares en su parte inferior, mientras que la parte superior es semicircular en correspondencia con la bóveda. El exterior de la Capilla está encalado de blanco mientras que el interior se encuentra totalmente cubierto por pintura mural.⁴

Las paredes laterales de la Capilla contienen un friso clásico del siglo XVI y este se encuentra a la altura de una persona. Sobre él y hasta el arranque de la bóveda, se desarrollan las pinturas murales.⁴

En la parte opuesta a la entrada, está representado el juicio final, la creación, el jardín del edén y la expulsión del paraíso.

En la parte superior de la entrada se encuentra la representación de un calvario, cabe recalcar que estas imágenes son de las más deterioradas.

Algunas partes de los murales están borradas o desprendidas totalmente y muestran reposiciones fragmentarias de aplanado. En otras se ha perdido el color aunque es posible distinguir muy tenuemente las líneas del dibujo.⁴

La mayor parte de la pared estuvo recubierta de cal, por lo tanto, no produce todo su efecto al primer momento, y hay que permanecer un tiempo razonable en el interior de la Capilla para acostumbrar la vista y hacer evidentes los contrastes de líneas y de manchas de color.⁴

El pintor que elaboró estos murales estaba profundamente influenciado de ideas de su época, tanto religiosas como artísticas.

Los dibujos de Santa María Xoxoteco tuvieron gran influencia entre las gentes contemporáneas a su realización y entre quienes los observaron durante generaciones. Normaron su pensamiento y su conducta, al hacer presente un sistema de valores necesario para la existencia individual y de la sociedad.

El motivo por el cual se realizaron estos murales fué fundamentalmente didáctico. Se trataba de mostrar el contenido del cristianismo por medio de imágenes.

1.3 TÉCNICAS PICTÓRICAS EMPLEADAS EN LA ELABORACIÓN DE MURALES DE LA ÉPOCA VIRREINAL (SIGLO XVI).

Pintura al fresco.- Una pintura al fresco no contiene ningún tipo de materia orgánica que sirva de aglutinante a los pigmentos, estos se aplican suspendidos en agua sobre un enlucido de cal que esté húmedo. El enlucido es la última capa o estrato que se aplica al muro; es el que recibe a la pintura y, por lo tanto, le imprime sus cualidades de textura y color. Los colores quedan fijos porque el líquido que permanece dentro del enlucido busca un frente de evaporación; al llegar a la superficie el agua se evapora, pero el hidróxido de calcio contenido en ella se deposita en la superficie y comienza a reaccionar con el bióxido de carbono del aire, hasta construir una red microcristalina de carbonato de calcio.⁵

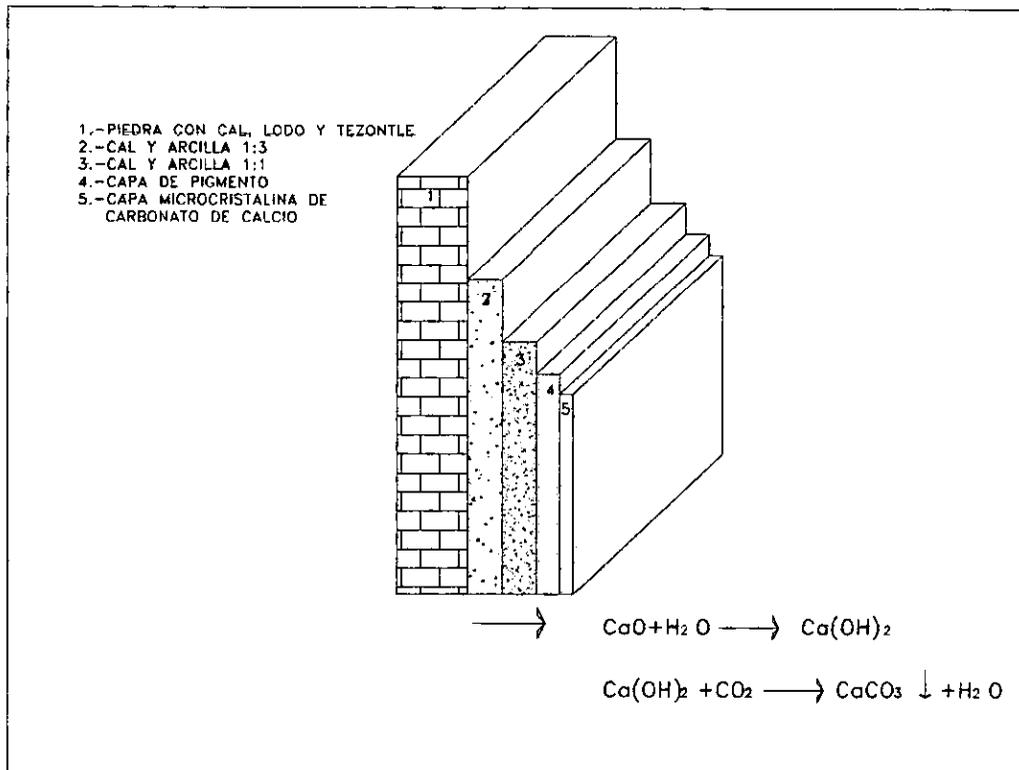


Figura 1.3.1. Esquema básico de la estratigrafía de una pintura mural (técnica al fresco)

Pintura al temple.- La pintura al temple utiliza una sustancia orgánica como aglutinante de los pigmentos. Las reacciones químicas que se llevan a cabo entre el agua de cal y las gomas vegetales permite obtener una mezcla con la viscosidad necesaria para manejar las diversas características de la capa pictórica.

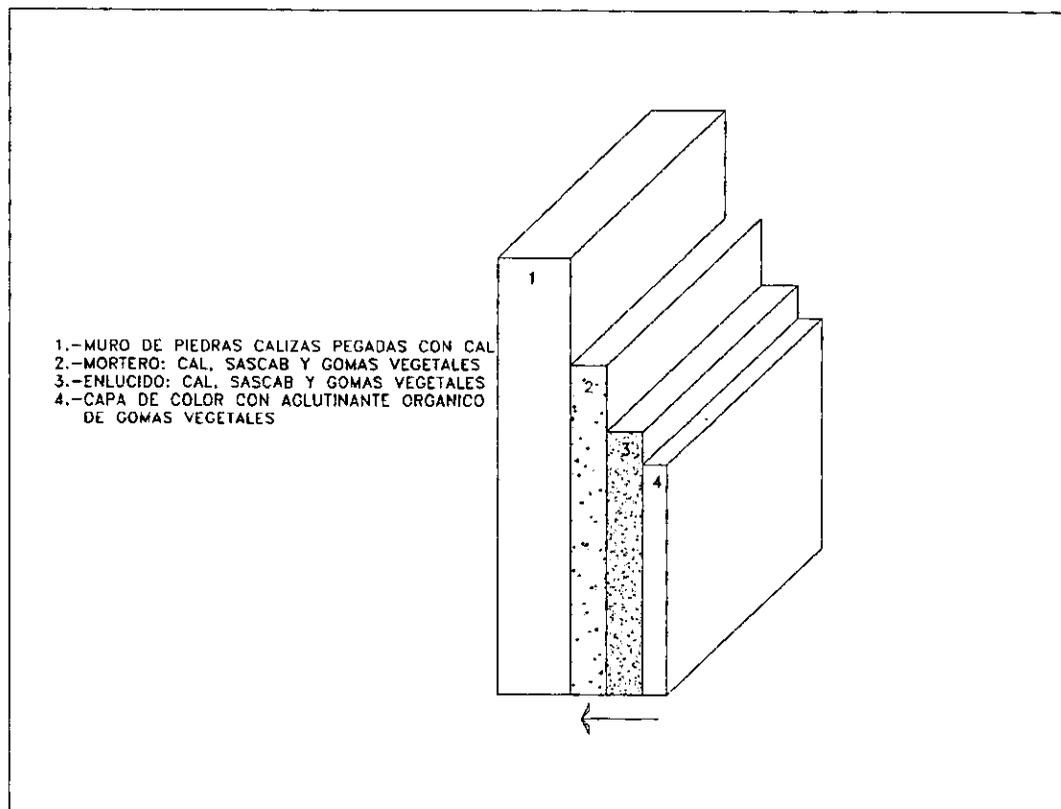


Figura 1.3.2. Esquema básico de la estratigrafía de una pintura mural (técnica al temple)

En los pigmentos minerales se encuentran los colorantes cerámicos que generalmente son óxidos metálicos puros o mezclados y las arcillas colorantes.

Los agentes colorantes mas comunes se presentan en la Tabla 1.1

Color	Agente colorante
Blanco	Óxido de Estaño Calcita Oxido de Zinc
Gris	Agentes negros diluidos
Negro	Mezclas de óxido de hierro, cromo, cobalto Óxido de Iridio
Amarillo	Vanadatos de Circonio Cromato de plomo Sulfuro de Cadmio
Verde	Compuestos de cobre Verde tierra (Fe ⁺⁺) Compuestos de cromo
Rojo	Óxido ferrico más óxido de zinc Cinabrio Composiciones de cromo-estaño
Naranja	Cromato de plomo
Azul	Compuestos de cobalto Óxido de Titanio Óxido de Niquel
Marrón	Compuestos de hierro con titanio Compuestos de Manganeseo
Oro	Oro metalico
Plata	Platino metálico
Púrpura	Composiciones de Cadmio-Sulfuro-Selenio

CAPÍTULO 2.

MICROSCOPIA ÓPTICA

2.1. FUNDAMENTOS DE LA MICROSCOPIA ÓPTICA.

El microscopio óptico se emplea en el análisis de materiales y nos ayuda a determinar las propiedades físicas de los mismos. La observación de las secciones al microscopio óptico nos permite realizar un análisis general de las estructuras de los materiales.⁷

Al realizar los análisis en el microscopio óptico es importante saber que es lo que se busca así como también conocer los antecedentes de cada una de las muestras (ubicación, color, etc.), para poder obtener mejores resultados.

Con la Microscopía Óptica se determinan algunas propiedades físicas de los componentes de cada muestra de pigmentos, en principio si es amorfa ó cristalina.

En el caso de que sea cristalina se determinan propiedades físicas de los cristales como puede ser el color, transparencia, si el color está dado por cristales semejantes ó se trata de una mezcla de cristales de diferentes colores que producen un color determinado.

Propiedades Ópticas:

Transparencia.- Cuando las sustancias dejan pasar la luz y permiten ver claramente los objetos a través de ellas.

Color.- La sensación de color depende, en el caso de luz monocromática, solamente de la longitud de las ondas de luz que llegan a la vista. Si la luz consiste de varias longitudes de onda es, el efecto combinado de estas, a lo que se debe la sensación de color. En general, el color que percibe la vista es el resultado de la mezcla de las ondas que no se han absorbido.

Se entiende por luz no sólo la radiación electromagnética visible, sino también la infrarroja y la ultravioleta.

La longitud de onda se expresa en unidades de longitud por ciclo; la unidad de longitud depende del tipo de radiación, como se muestra en la tabla (2.1).⁸

Tabla 2.1 Radiaciones del Dominio Óptico

Tipo de radiación	Longitud (m)	Unidad
Ultravioleta	10^{-9}	Nanómetro
Visible	10^{-6}	Micrómetro
Infrarrojo	10^{-3}	Milímetro

La Microscopía Óptica nos permitió realizar ampliaciones de 5X, 10X, 20X, 50X y 100X. En este caso se tomaron a 10X para los diferentes colores. Todas las muestras fueron fotografiadas con luz blanca (normal). Las fotografías fueron tomadas en las zonas mas representativas de las mismas.

2.2. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

2.2.1. EQUIPO UTILIZADO

Se utilizó un microscopio compuesto al cual se le adaptó una cámara de ocular. La cámara encaja en la parte superior del cuerpo del microscopio sobre el ocular.

Para obtener buenas fotografías, uno de los factores más importantes es usar un sistema de iluminación que proporcione luz de intensidad suficiente para sacar el óptimo rendimiento del sistema óptico del microscopio.

El microscopio compuesto funciona formando una imagen real ampliada del objeto, por medio de una lente llamada objetivo, y luego observando esta imagen por medio de una lupa a la que se llama ocular.⁸

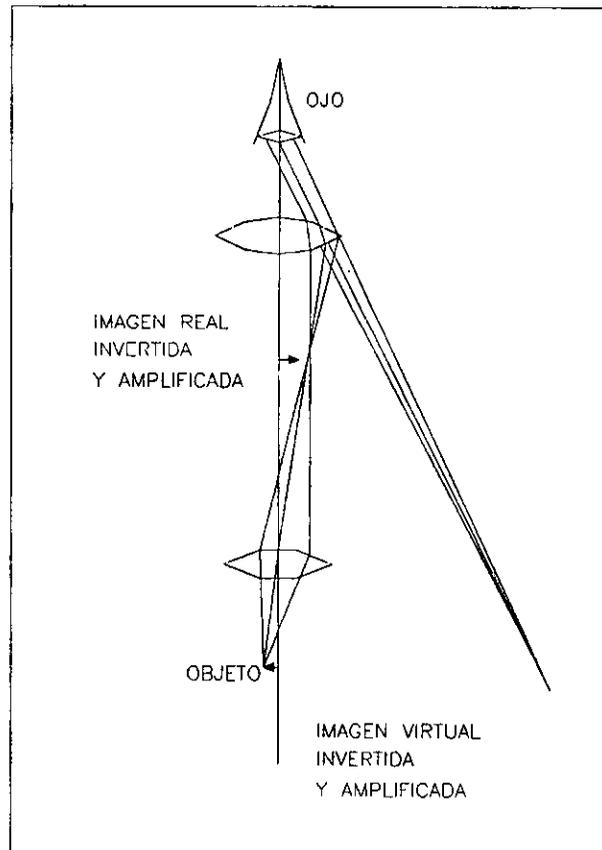


Figura 2.1. Esquema básico de un microscopio compuesto

Ocular.- Es un tubo que se adapta dentro del tubo del microscopio, en la parte superior está colocada una lente ocular y en la inferior una lente de campo.

Objetivo.- El objetivo acromático se emplea generalmente para el estudio de cristales, fragmentos ó secciones delgadas.

a).- Las principales características de un objetivo son: la amplificación inicial, la longitud focal y la distancia de trabajo.

b).- La amplificación de un microscopio se obtiene multiplicando la amplificación del objetivo por la amplificación del ocular.

c).- La distancia de trabajo es la que existe entre el objetivo, cuando está enfocado, y la parte superior de la muestra que cubre el portaobjetos.

Condensador.- La finalidad primordial de todo condensador es iluminar la preparación en la parte enfocada por el objetivo, de modo que el campo visual presente una iluminación uniforme.

Los microscopios con luz incorporada no llevan espejo. El sistema de iluminación se encuentra en el propio microscopio y tienen un condensador para la luz emitida, colocado exactamente en el eje óptico del microscopio.⁸

2.2.2 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

1).- Se toman pequeños trozos de estuco.

2).- Se colocan en el portamuestras, tratando de que la superficie quede lo más plana posible.

3).- Muy cuidadosamente, se enfoca el ocular de la cámara hasta que el retículo, generalmente una cruz central, se vea lo más claramente posible.⁹

4).- Se enfoca el objetivo y lo que se vea enfocado en el ocular lo estará en la cámara.

2.3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

Los resultados se presentan en las siguientes fotografías tanto de la superficie como de estratigrafía para cada muestra, donde podemos observar los pigmentos que producen el color de cada muestra y también se puede conocer el espesor de la capa de pigmento.

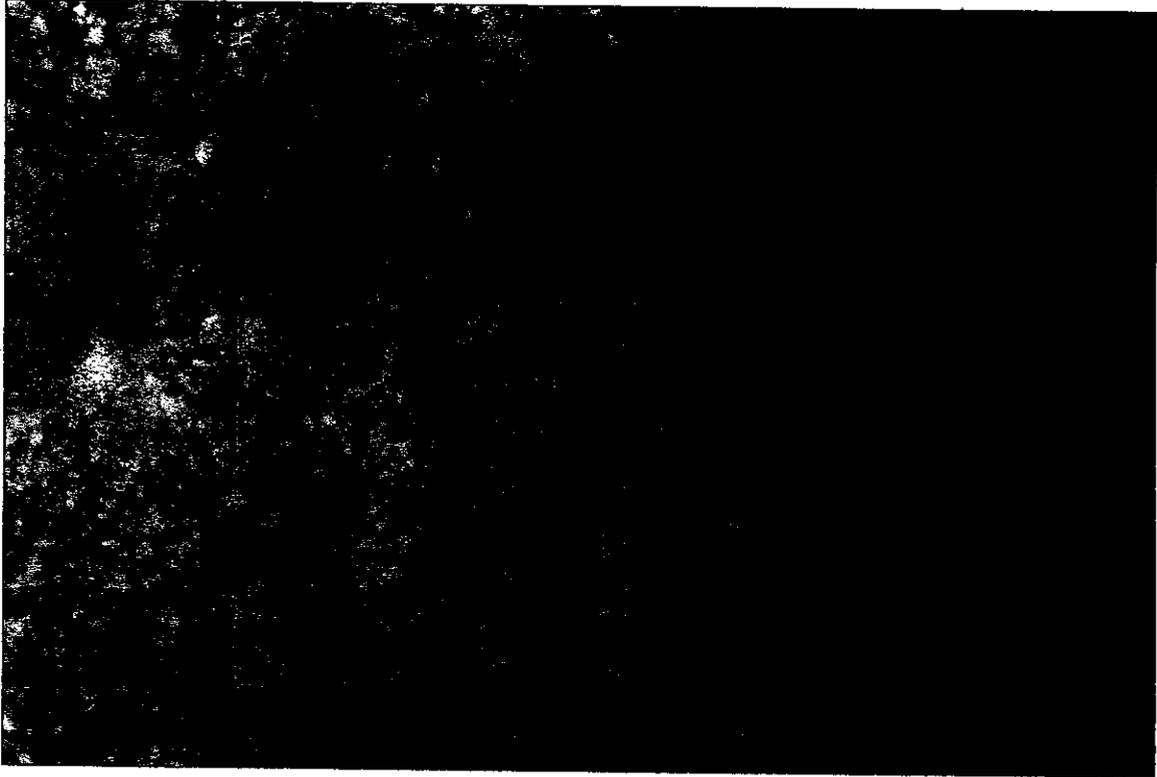


Figura 2.2 La sección ilustra el color verde. Se observa una superficie homogénea, donde el color es producido por pigmento verde. La amplificación es de 10X. Luz normal.

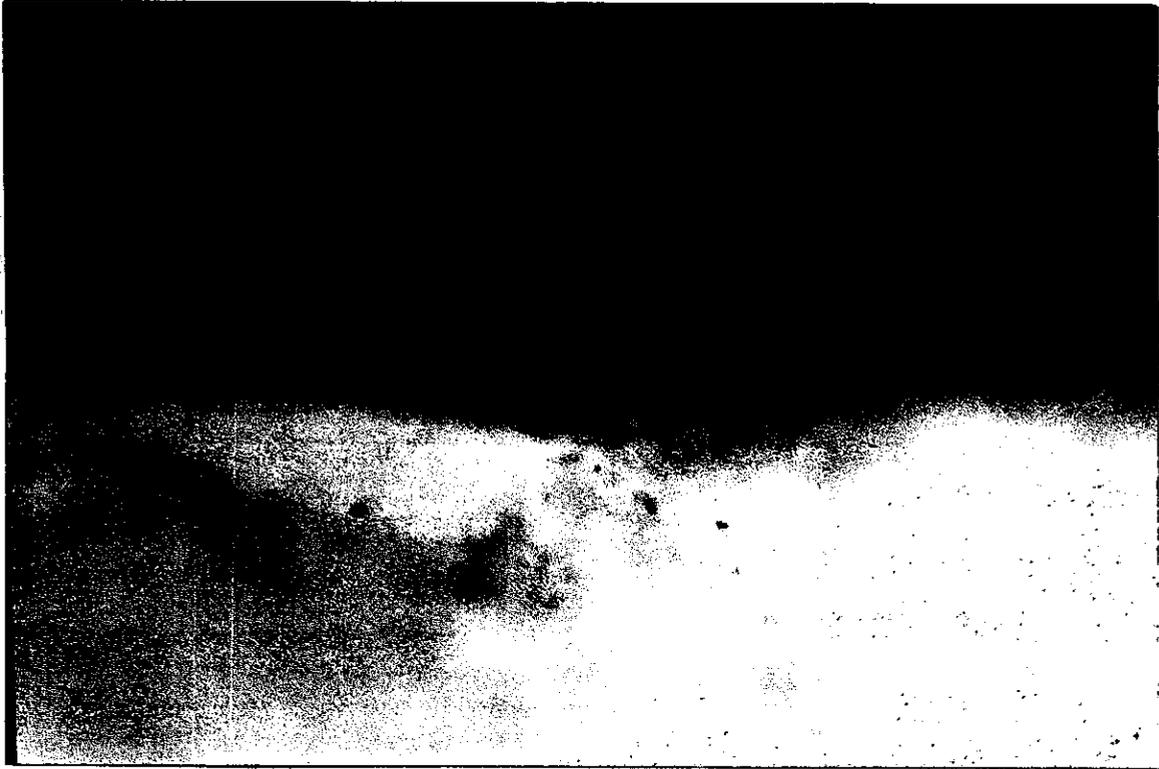


Figura 2.3 Se observa el enlucido de cal y sobre este una capa de pigmento verde. Se hace notar el desplazamiento del color al interior del enlucido. La amplificación es de 10X. Luz normal

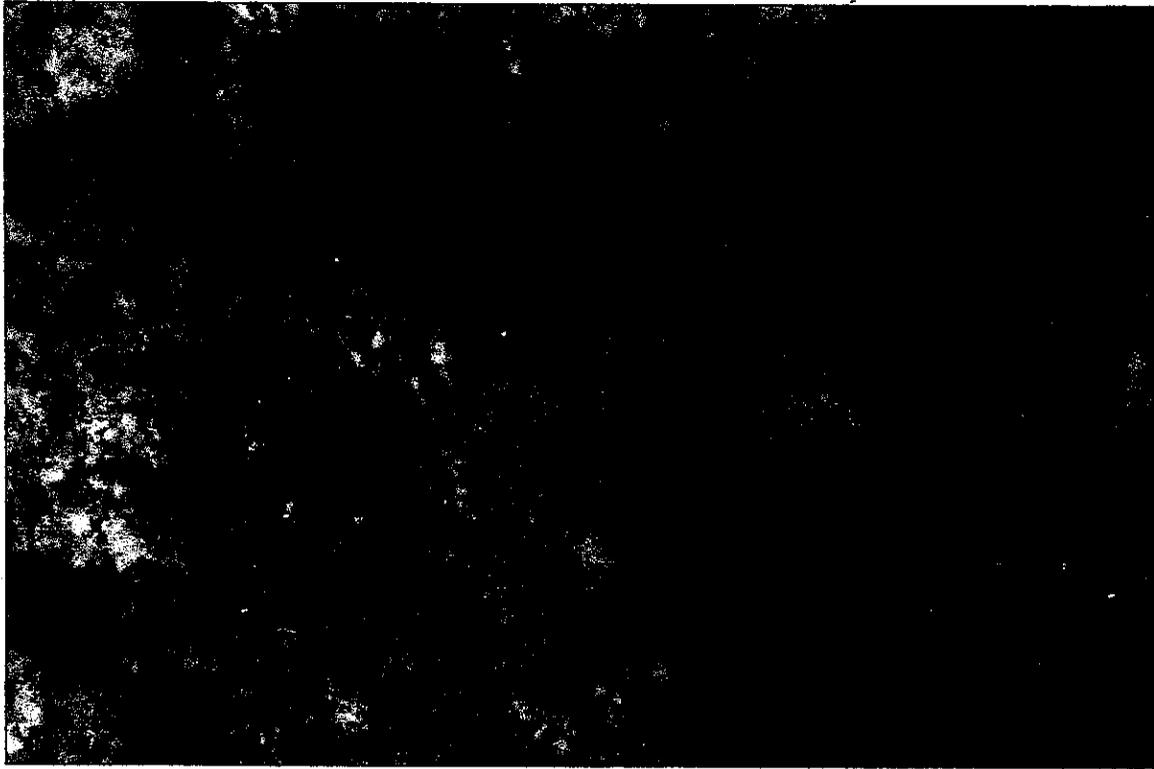


Figura 2.4 Se observa un solo tipo de pigmento que es el que produce el color negro. La amplificación es de 10X. Luz normal.



Figura 2.5 La sección ilustra la capa de pigmento negro, la cual presenta un espesor relativamente fino de 30 μm . La amplificación es de 10X. Luz normal.

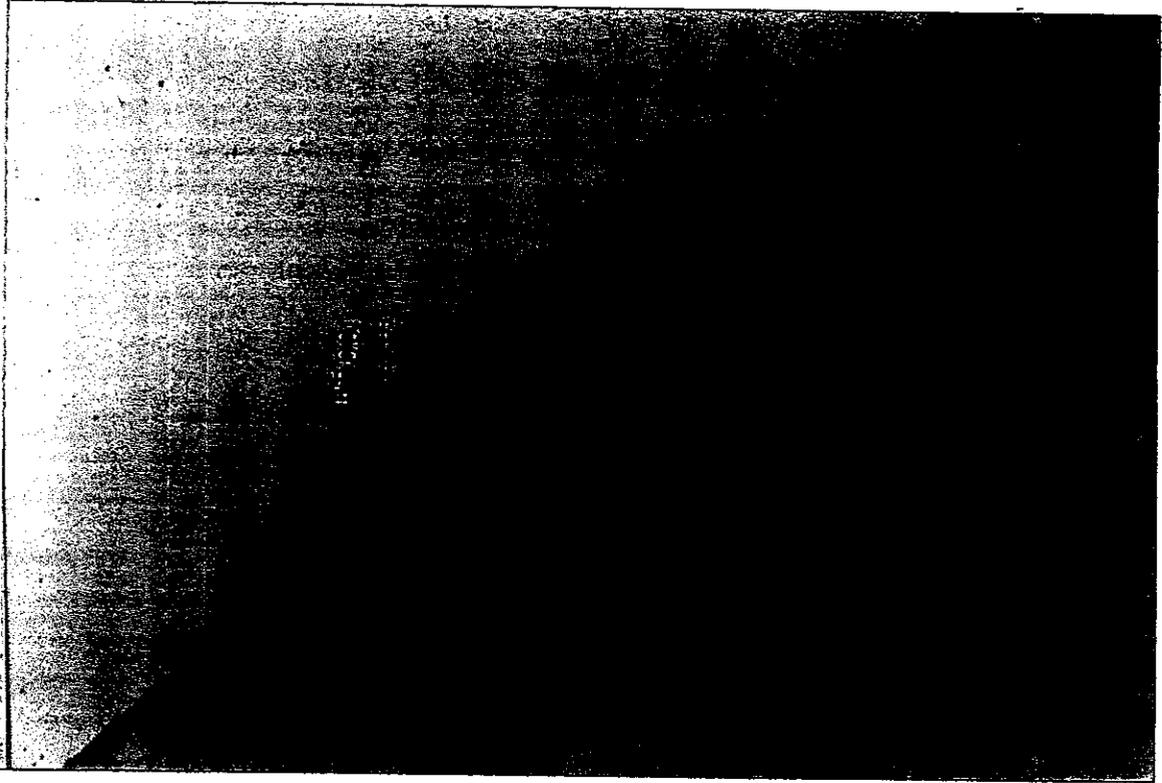


Figura 2.6 La sección microscópica muestra el color naranja, el cual es producido por una mezcla de pigmentos de color naranja y amarillo, cubiertos por una capa cristalina. La amplificación es de 10X. Luz normal.



Figura 2.7 Fotografía donde se observa la capa de pigmento naranja, la cual tiene un espesor de 60 μm . La amplificación es de 10X. Luz normal.

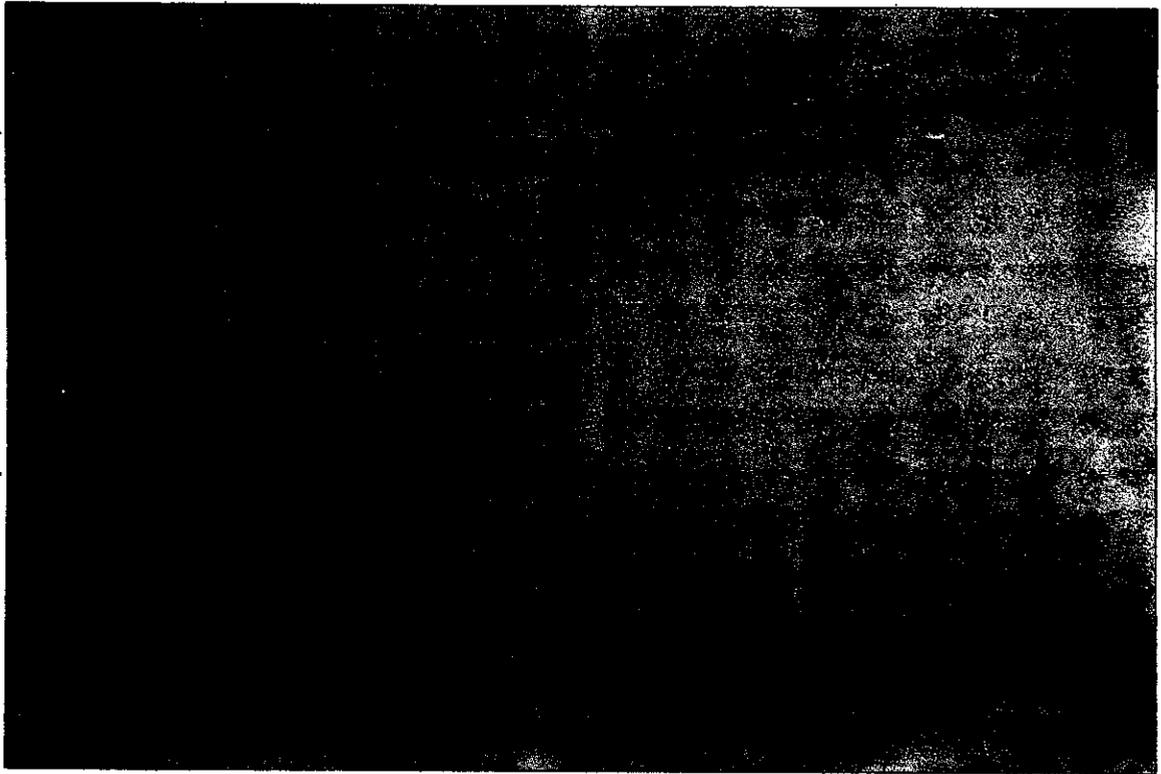


Figura 2.8 La sección ilustra una superficie muy homogénea, es un solo tipo de pigmento el que nos produce el color amarillo. La ampliación es de 10X. Luz normal.

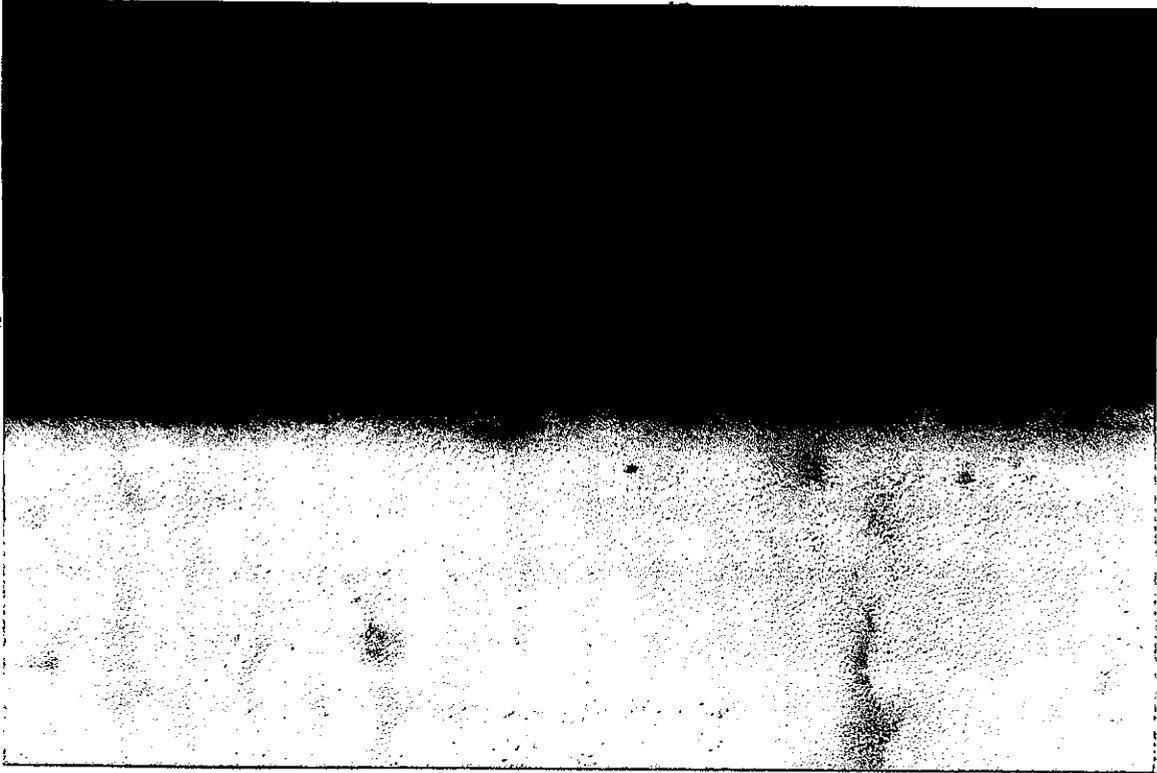


Figura 2.9 La fotografía nos muestra la capa de pigmento amarillo la cual presenta un espesor relativamente fino. La amplificación es de 10X. Luz normal.

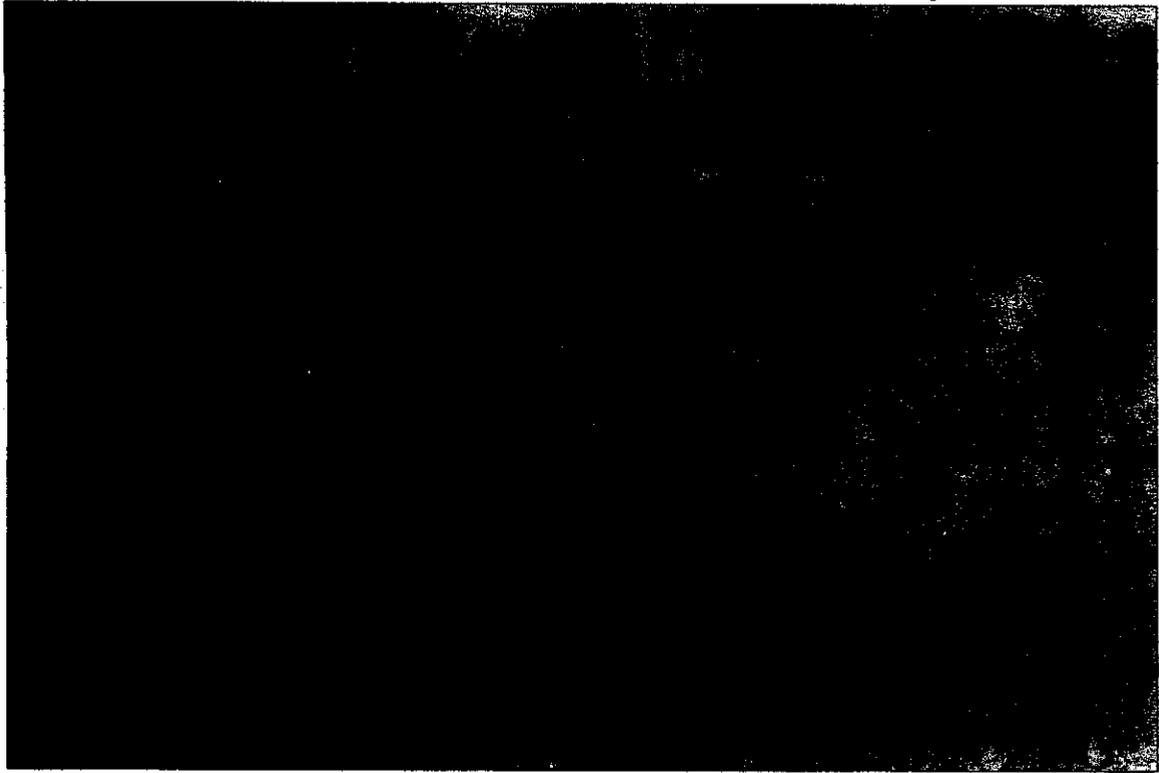


Figura 2.10 La sección ilustra una superficie porosa del pigmento café, se recurre a mezclar el pigmento café con el pigmento negro. La amplificación es de 10X. Luz normal.



Figura 2.11 La fotografía nos muestra un estrato de pigmento rojo sobre el enlucido de cal. La ampliación es de 10X. Luz normal.

2.4 ANÁLISIS DE RESULTADOS

Por medio de la técnica de microscopía óptica se determinaron algunas propiedades de las pinturas como: si el color fue dado por una mezcla de pigmentos, así como el espesor de la capa de pigmento, aquí no se pudo determinar la cristalinidad.

Es importante señalar que todas las muestras de pinturas son muy "duras", excepto la muestra de la pintura verde.

Así el color negro es producido por un solo tipo de pigmento negro y el espesor de la capa de pigmento es de 30 μm .

El color amarillo es producido por un solo tipo de pigmento con un espesor sumamente fino.

El color naranja lo produce una mezcla de pigmentos de color amarillo y naranja cubiertos por una capa cristalina y el espesor de la capa de pigmento es de 60 μm .

En el color verde se pudo observar que la pintura tuvo un mayor desplazamiento al interior del sustrato (enlucido).

El color café lo produce una mezcla de pigmento café con pigmento negro y se observa una superficie porosa.

El color rojo es producido por un solo tipo de pigmento.

CAPITULO 3

MICROANÁLISIS A TRAVÉS DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

3.1 FUNDAMENTOS DE MICROANÁLISIS A TRAVÉS DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

3.1.1 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

El Microscopio Electrónico de Barrido, se utiliza para estudiar superficies de sólidos, el estudio por esta técnica es muy ventajoso, debido a que nos da información de la morfología de las muestras y sus beneficios son diversos

La Microscopía Electrónica es muy versátil se emplea en diferentes campos y uno de ellos es la ciencia de los materiales.¹⁰

La Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) consiste en la interacción de un haz de electrones que barre la superficie de la muestra y al chocar con ésta produce, entre otros los siguientes procesos:

- a).- Electrones Retrodispersados
- b).- Electrones Secundarios
- c).- Electrones Absorbidos
- d).- Electrones Auger y Rayos X Característicos.

Electrones Retrodispersados.

Son aquellos que se desvían del haz hacia atrás debido a la dispersión elástica, por lo que el número de electrones dispersados a un ángulo dado dependerá de la posición del área donde incide el haz (ángulo de incidencia).

Si se barren distintas zonas de la muestra se tienen variaciones en la intensidad de electrones retrodispersados a un ángulo dado (ángulo de observación), y el resultado será una fotografía de la topografía superficial de la muestra.

La intensidad del haz retrodispersado está determinada principalmente por la probabilidad de que un electrón sea absorbido; entonces podemos esperar que la intensidad del haz retrodispersado aumente cuando se incremente el número atómico de los elementos que forman al sólido.

Electrones Secundarios.

Son originados en el sólido y emitidos como el resultado de excitación atómica por el haz primario, se caracterizan por tener un espectro de energías comparativamente bajo en relación al haz inicial.

Los electrones secundarios pueden escapar de la muestra y ser detectados solo si son creados cerca de la superficie.¹¹

Como es más probable que los electrones secundarios emerjan de la cima que desde un valle; entonces las señales de los electrones secundarios se utilizan para las fallas de la superficie de las muestras.

No todos los electrones secundarios son emitidos por el sólido, sino que existen también electrones de baja energía originados por colisiones inelásticas, aunque no existe manera de distinguir los unos de los otros, por lo que todos los electrones de baja energía son clasificados como secundarios. La emisión de secundarios depende tanto de la densidad como topografía del sólido.

Electrones Absorbidos.

Los electrones que pierden tal cantidad de energía que no pueden salir del sólido pueden ser detectados si se ponen electrodos en la muestra, de tal manera que cualquier exceso de carga fluya a través de ellos a tierra.

Cualquier incremento local en el número de electrones que abandonen el sólido (dispersados ó emitidos) causa el decremento correspondiente en la corriente de absorbidos, por lo que la detección de estos electrones produce un contraste complementario al obtenido por electrones retrodispersados y electrones secundarios, al ser barrida la superficie de la muestra.

Electrones Auger y Rayos X Característicos.

Es de esperarse que se emitan Rayos X característicos a las transiciones de los electrones excitados por el haz primario y al contar con un espectrofotómetro apropiado y un detector de tipo Geiger ó fotomultiplicador, se podrá construir un perfil de intensidades y conocer tanto los elementos que componen la muestra, así como su concentración; y es a lo que se llama Microanálisis.

Podría suceder que, como alternativa el átomo excitado regresara a un estado de energía menor emitiendo uno de sus electrones en vez de Rayos X. Tales electrones, llamados Auger, se caracterizan por tener valores discretos bien definidos de energía.

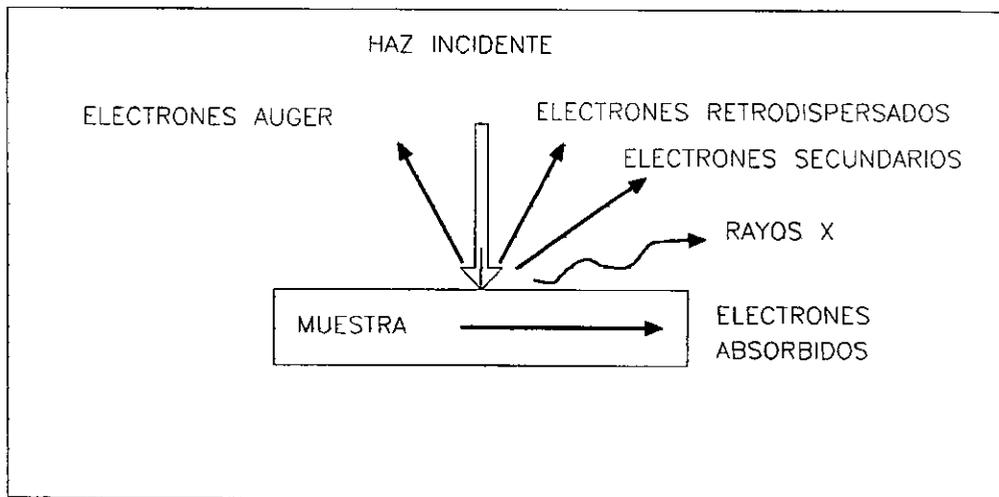


Figura 3.1 Interacción del haz electrónico con la materia.

3.1.2 MICROANÁLISIS

El Microanálisis es el método más simple (y algunas veces el único) para analizar muestras microscópicas. Cuando electrones de energía apropiada inciden sobre una muestra, causan la emisión de Rayos X cuyas energías e intensidad relativa, dependen de la composición de la muestra. Se usa este fenómeno y los datos que proporciona para analizar el contenido elemental de microvolúmenes (esto es, unidades ó centenas de micrómetros cúbicos) es lo que comúnmente significa microanálisis.

Tiene otras ventajas también. Es sensible a bajas concentraciones, los límites mínimos de detección (MDL) están abajo de 0.1% en el mejor de los casos y típicamente son menores de 1% y su rango dinámico es desde el MDL al 100%, con una precisión relativa del 1% al 5% a través del rango. El proceso que sigue a la excitación de la muestra por un electrón cargado se le conoce como proceso de emisión de Rayos X en donde las emisiones son recolectadas, clasificadas y contadas a partir de esto se transforman en información analizable.¹² Cuando un espécimen es excitado por electrones de suficiente energía, cada elemento en la muestra emitirá una única y característica forma de Rayos X. Bajo las condiciones de análisis dadas, el número de Rayos X emitidos por cada elemento lleva a una relación mas o menos directa a la concentración de ese elemento. Para abundar aún mas en esta técnica, aquí nos ocupamos solo del microanálisis de la energía dispersiva en la cual las emisiones de Rayos X son clasificadas a través de Microscopía Electrónica de Barrido.

Para formar una imagen por Microscopía Electrónica de Barrido se enfoca un haz sobre una área muy reducida de la muestra y se barre la superficie de la misma, moviendo el haz detectando en cada zona una intensidad promediada; y es a lo que se le llama Microscopía Electrónica de Barrido (SEM=Scanning Electron Microscopy).

3.2 DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.2.1 EQUIPO UTILIZADO

Convertir las emisiones de Rayos X a información analizable, es el trabajo de una serie de componentes electrónicos, los cuales, al final, producen un espectro digital de la radiación emitida. El fotón de Rayos X crea un pulso de carga en un detector semiconductor, el pulso de carga es convertido en un pulso de voltaje cuya amplitud refleja la energía del Rayo X detectado. Finalmente, este pulso de voltaje es convertido en una señal digital, la cual origina una cuenta para ser añadida al canal correspondiente de un multicanal. Después de un tiempo, las cuentas acumuladas de una muestra producen un espectro de Rayos X.

Obtener información cuantitativa de un espectro de Rayos X es complicado. Algunos espectros producen picos falsos o causan verdaderos picos espectrales mucho mas grandes o pequeños. Los picos muchas veces se superponen haciendo difícil su solución.

El análisis cuantitativo de un espectro se resume en 5 pasos.

- 1).- Conteo de los picos falsos.
- 2).- Identificación de los elementos que dan origen al espectro.
- 3).- Remoción del fondo.
- 4).- Amplificación de los picos espectrales.
- 5).- El cálculo de la concentración de elementos es un proceso en el que se debe tener presente los efectos entre elementos dentro de la muestra.

Se muestra esquemáticamente las partes que se necesitan para la formación de una imagen en un Microscopio Electrónico de Barrido (figura 3.2).

Se enfoca el haz sobre un área muy reducida de la muestra aproximadamente 10 nm, esto se hace colocando el área de observación en el foco de una lente (llamada objetivo), los electrones emitidos por la muestra son recolectados por los detectores apropiados, en general éstos son cajas de Faraday adaptadas a un fotomultiplicador de centelleo cuya señal se amplifica sucesivamente y se utiliza para modular la polarización de rejilla de un Tubo de Rayos Catódicos (TRC), de manera que se establece una correspondencia uno a uno entre la cantidad de electrones detectada y la intensidad del punto correspondiente en la pantalla del tubo. La imagen de la muestra finalmente se construye por medio de un generador de barrido que detecta tanto el haz incidente como el haz del TRC, de manera que a cada punto de área barrida de la muestra corresponde otro en la pantalla. La amplificación viene dada entonces como la razón entre el área barrida en la pantalla y el área cubierta por el haz incidente de la muestra.

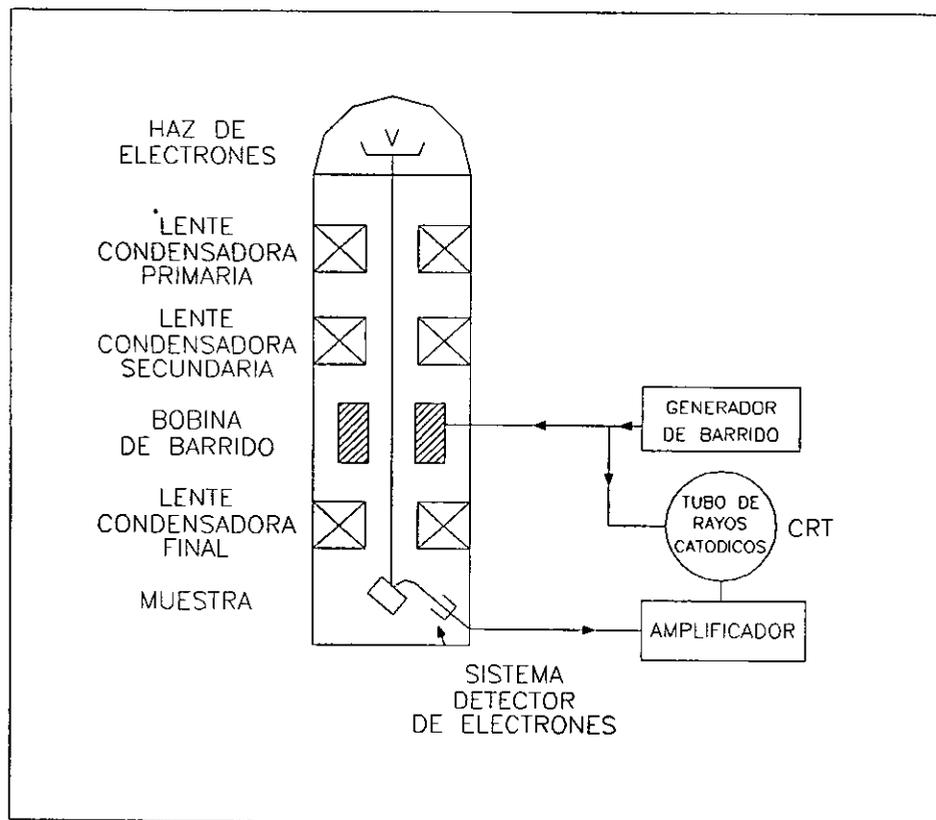


Figura 3.2. Diagrama esquemático de un microscopio electrónico de barrido.

3.2.2 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Para la preparación de muestras se utilizaron dos metodologías.

1).- Para Microanálisis la preparación de muestras fue de la siguiente forma:

a).- A cada una de las muestras se les agregó HCl diluido para la eliminación de carbonatos.

b).- La muestra es colocada en el portamuestras, adheriéndose a este con cinta de carbono y de tal forma que la superficie de la misma quede completamente plana.

c).- Se coloca la muestra en la cámara del microscopio para su estudio.

2).- Para Microscopía Electrónica de Barrido.

En el caso de formación de imágenes en la microscopía electrónica es necesario que la muestra sea una buena conductora de corriente eléctrica, es por ello que se tomó otra serie de muestras y los estucos fueron adheridos al portamuestras con una capa de pintura de plata y se les proporcionó un baño de oro, así la preparación es de la siguiente forma:

- a).- Se toman pequeños trozos del estuco sin ser triturados.
- b).- La muestra se coloca sobre una barra cilíndrica de latón, adheriéndose a ella con una capa de pintura de plata.
- c).- Se efectúa un baño de oro (mediante la técnica de Sputtering) sobre la muestra.
- d).- Se coloca la muestra en la cámara del microscopio para su estudio.

3.3 RESULTADOS EXPERIMENTALES

La caracterización de los pigmentos presentes en las pinturas, por medio de Microanálisis a través de Microscopía Electrónica de Barrido consistió en determinar los elementos presentes en las muestras así como la concentración de los mismos, además se obtuvieron las micrografías donde se observa la morfología y tamaño de las partículas presentes en los colores.

Los resultados se presentan en los siguientes espectros con sus respectivas tablas, así como las micrografías para cada pigmento.

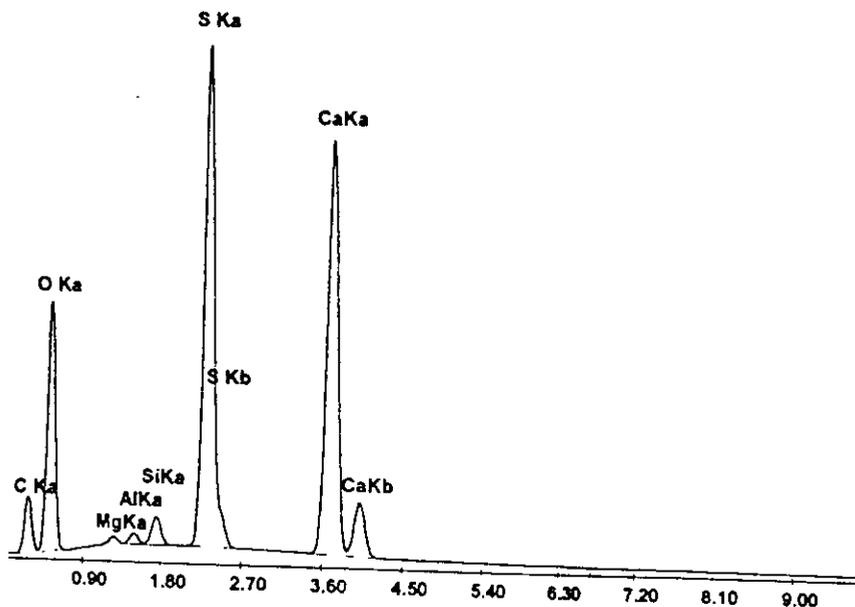


Figura 3.3 Espectro del pigmento Negro

Tabla 3.1 Elementos presentes en el espectro del pigmento Negro

EDAX ZAF Quantification (Standardless)			
Element Normalized			
Element	Wt %	At %	K-Ratio
C K	23.96	34.99	0.0475
O K	45.37	49.74	0.0739
MgK	0.36	0.26	0.0015
AlK	0.39	0.25	0.0021
SiK	0.82	0.51	0.0057
S K	13.70	7.50	0.1196
CaK	15.40	6.74	0.1390
Total	100.00	100.00	

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
C K	18.63	0.49	1.92	38.27
O K	86.75	1.90	0.89	45.66
MgK	2.94	6.50	8.53	0.45
AlK	4.24	6.77	6.39	0.63
SiK	10.98	6.88	3.14	1.60
S K	208.71	7.09	0.57	29.45
CaK	188.07	5.00	0.60	37.61

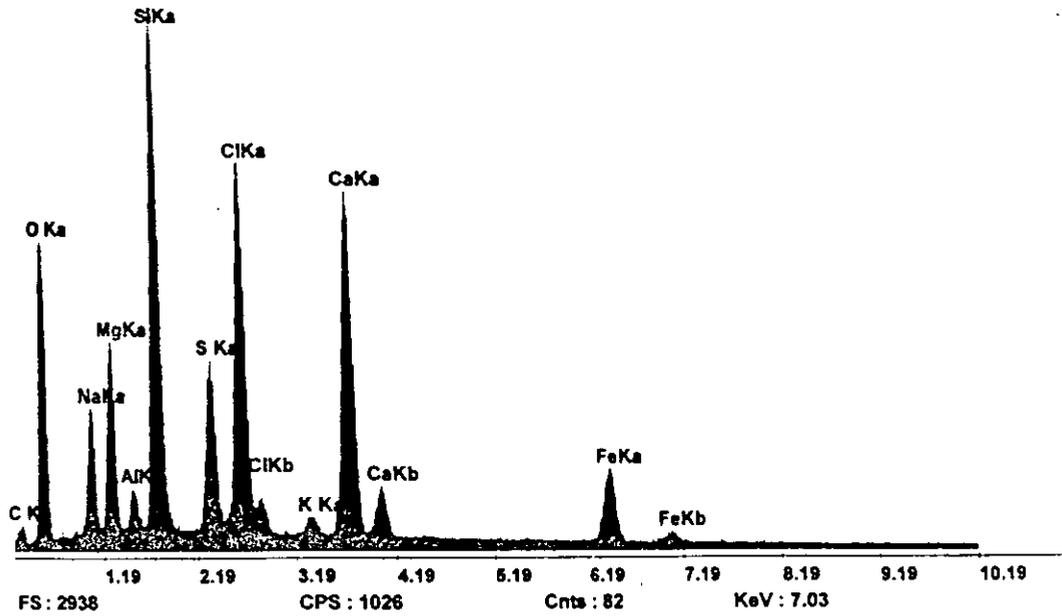


Figura 3.4 Espectro del pigmento Naranja

Tabla 3.2 Elementos presentes en el espectro del pigmento Naranja

Standardless, Elements			
PEI Default Set : 1			
Element	K Ratio	Weight %	Atomic %
C K	0.0043	0.432	0.754
O K	0.5032	50.320	65.996
NaK	0.0619	6.192	5.651
MgK	0.0586	5.860	5.058
AlK	0.0087	0.867	0.674
SiK	0.1030	10.303	7.698
S K	0.0381	3.815	2.497
ClK	0.0880	8.802	5.210
K K	0.0046	0.458	0.246
CaK	0.0914	9.141	4.786
FeK	0.0381	3.810	1.432
Total		100.000	100.000

Element	Net Inten	Backgrd	Inten Error	P/B
C K	2.97	1.40	4.97	2.12
O K	58.38	2.75	0.95	21.23
NaK	25.89	4.33	1.50	5.98
MgK	38.96	5.53	1.21	7.05
AlK	8.23	6.08	3.25	1.35
SiK	121.79	6.49	0.66	18.77
S K	41.65	5.72	1.17	7.28
ClK	93.21	5.51	0.75	16.93
K K	4.86	4.84	4.53	1.00
CaK	92.83	4.91	0.75	18.93
FeK	22.67	3.18	1.59	7.13

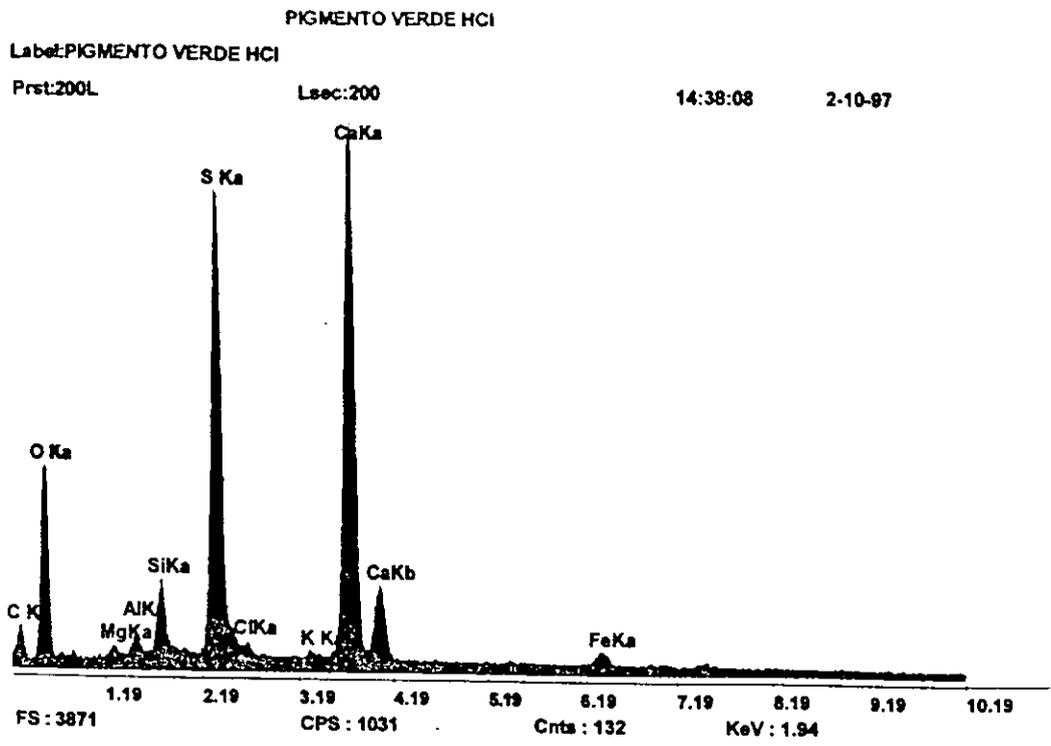


Figura 3.5 Espectro del pigmento Verde

Tabla 3.3 Elementos presentes en el espectro del pigmento Verde

Standardless, Elements			
PEI Default Set : 1			
Element	K Ratio	Weight %	Atomic %
C K	0.0126	1.260	2.233
O K	0.5299	52.991	70.495
MgK	0.0050	0.502	0.439
AlK	0.0074	0.739	0.583
SiK	0.0219	2.192	1.661
S K	0.1702	17.019	11.297
ClK	0.0052	0.520	0.312
K K	0.0025	0.250	0.136
CaK	0.2332	23.319	12.383
FeK	0.0121	1.208	0.460
Total		100.000	100.000

Element	Net Inten	Backgrd	Inten Error	P/B
C K	7.09	2.28	3.05	3.11
O K	50.15	3.05	1.03	16.44
MgK	2.72	4.59	7.03	0.59
AlK	5.73	5.66	4.16	1.01
SiK	21.14	6.55	1.76	3.23
S K	151.57	5.91	0.59	25.67
ClK	4.49	5.95	5.13	0.75
K K	2.16	5.62	9.12	0.38
CaK	193.17	5.72	0.52	33.80
FeK	5.86	4.67	3.92	1.25

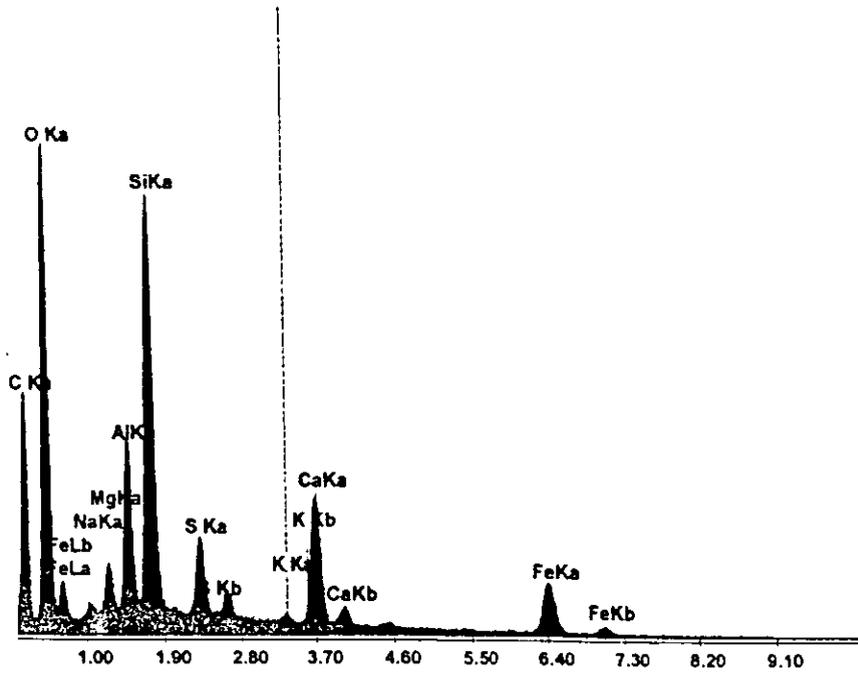


Figura 3.6 Espectro del pigmento Rojo

Tabla 3.4 Elementos presentes en el espectro del pigmento Rojo

EDAX ZAF Quantification (Standardless)			
Element Normalized			
Element	Wt %	At %	K-Ratio
C K	40.22	51.64	0.1069
O K	39.93	39.49	0.0782
NaK	0.53	0.36	0.0016
MgK	1.32	0.84	0.0058
AlK	3.42	1.55	0.0191
SiK	7.61	4.19	0.0507
S K	1.43	0.69	0.0111
K K	0.15	0.06	0.0013
CaK	2.80	1.08	0.0260
FeK	2.59	0.71	0.0227
Total	100.00	100.00	

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
C K	70.53	0.57	0.98	124.46
O K	154.55	3.13	0.66	49.43
FeL	13.13	5.55	2.69	2.36
NaK	5.03	6.89	5.60	0.73
MgK	19.61	8.13	2.19	2.41
AlK	65.38	8.43	1.07	7.75
SiK	165.27	9.33	0.65	17.72
S K	32.83	8.75	1.60	3.75
K K	3.29	7.21	8.05	0.46
CaK	59.40	6.78	1.12	8.76
FeK	27.18	2.54	1.64	10.70

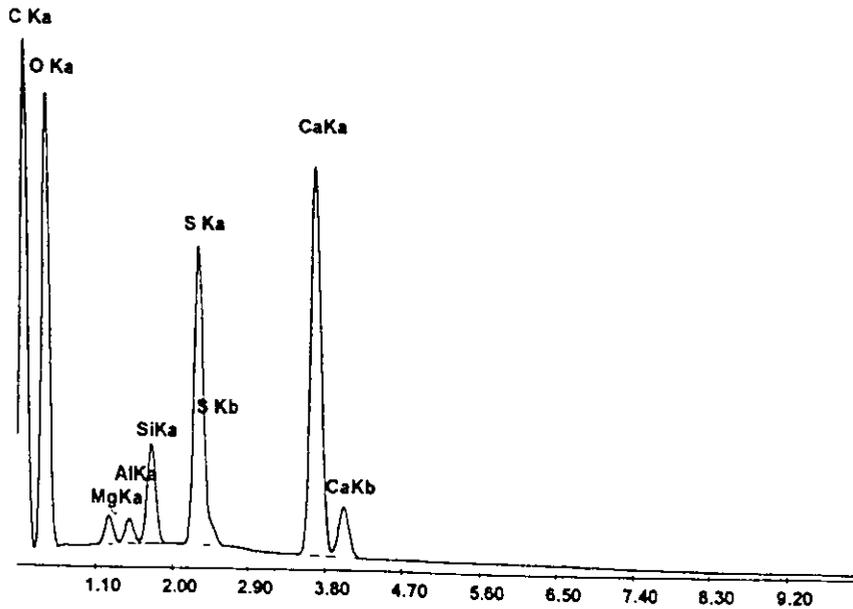


Figura 3.7 Espectro del pigmento Café

Tabla 3.5 Elementos presentes en el espectro del pigmento Café

EDAX ZAF Quantification (Standardless)			
Element Normalized			
Element	Wt %	At %	K-Ratio
C K	51.61	61.99	0.1691
O K	36.72	33.12	0.0597
MgK	0.53	0.32	0.0024
AlK	0.36	0.19	0.0021
SiK	1.20	0.62	0.0088
S K	3.53	1.59	0.0314
CaK	6.04	2.17	0.0572
Total	100.00	100.00	

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
C K	159.46	0.72	0.65	221.47
O K	150.58	3.91	0.67	38.48
MgK	10.41	8.55	3.42	1.22
AlK	9.05	8.93	3.83	1.01
SiK	36.55	9.12	1.51	4.01
S K	117.98	9.45	0.78	12.49
CaK	166.49	5.35	0.64	31.10

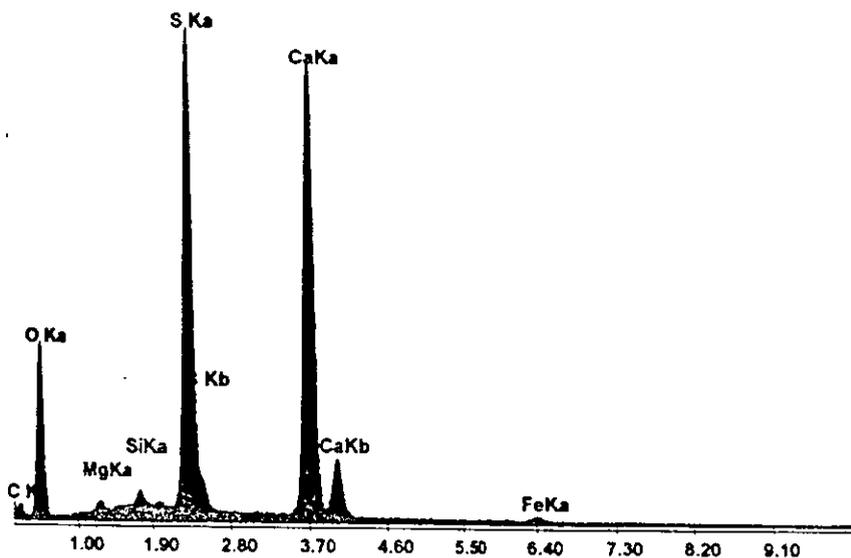


Figura 3.8 Espectro del pigmento Amarillo

Tabla 3.6 Elementos presentes en el espectro del pigmento Amarillo

EDAX ZAF Quantification (Standardless)			
Element Normalized			
Element	Wt %	At %	K-Ratio
C K	10.21	17.30	0.0171
O K	45.24	57.53	0.0671
MgK	0.68	0.57	0.0026
SiK	0.62	0.45	0.0042
S K	17.96	11.40	0.1553
CaK	24.71	12.54	0.2192
FeK	0.58	0.21	0.0049
Total	100.00	100.00	

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
C K	5.87	0.35	3.47	16.92
O K	69.07	1.51	0.99	45.64
MgK	4.55	5.69	5.74	0.80
SiK	7.08	10.12	4.78	0.70
S K	236.26	8.77	2.54	27.16
CaK	260.79	5.33	0.51	48.96
FeK	3.04	3.25	6.74	0.93



Figura 3.9 Encontramos que en la micrografía de la pintura verde, se observan placas sobrepuestas de $0.5 \mu\text{m}$ de ancho por $2 \mu\text{m}$ de largo que se asemejan a los feldespatos.



Figura 3.10 En la micrografía de la pintura negra, se observan placas sobrepuestas de $0.5 \mu\text{m}$ de ancho por $2 \mu\text{m}$ de largo.

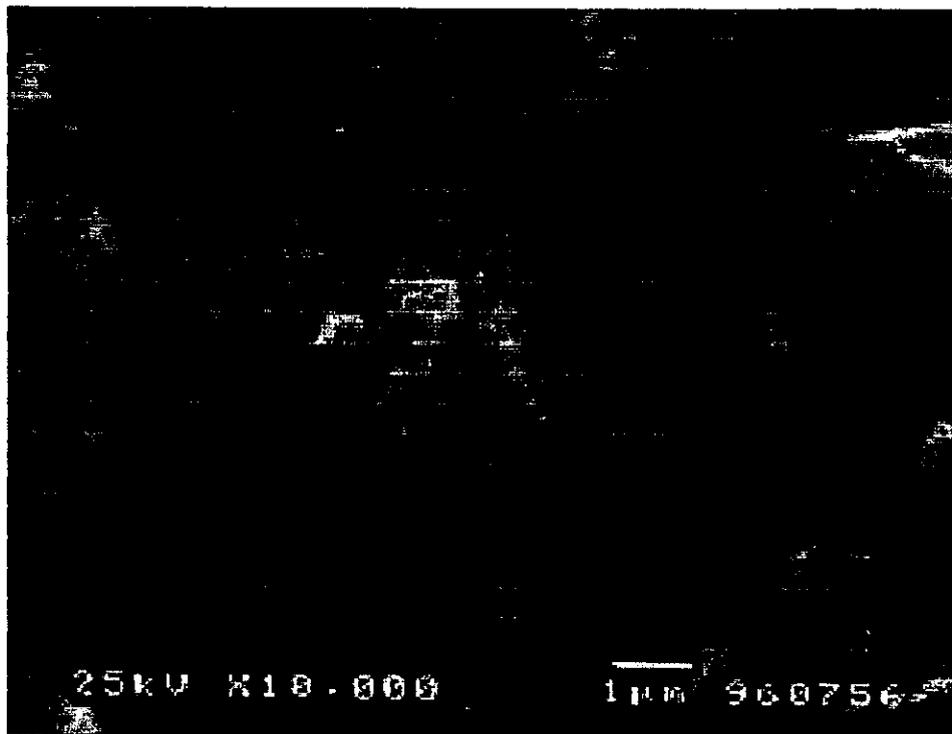


Figura 3.11 En la micrografía de la pintura naranja, se observan aglomerados de $0.5 \mu\text{m}$ de diámetro.

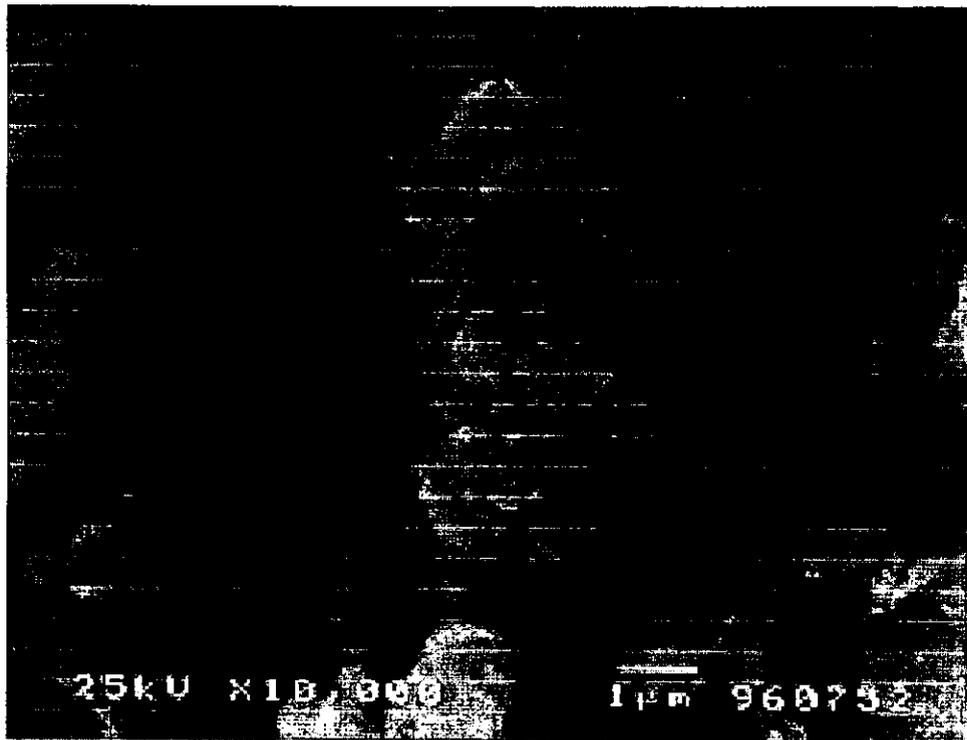


Figura 3.12 En la micrografía de la pintura amarilla, se observan cristales de calcita aproximadamente de 1 μm de diámetro.



Figura 3.13 La micrografía de la pintura café, contiene aglomerados de $0.7 \mu\text{m}$ de diámetro.

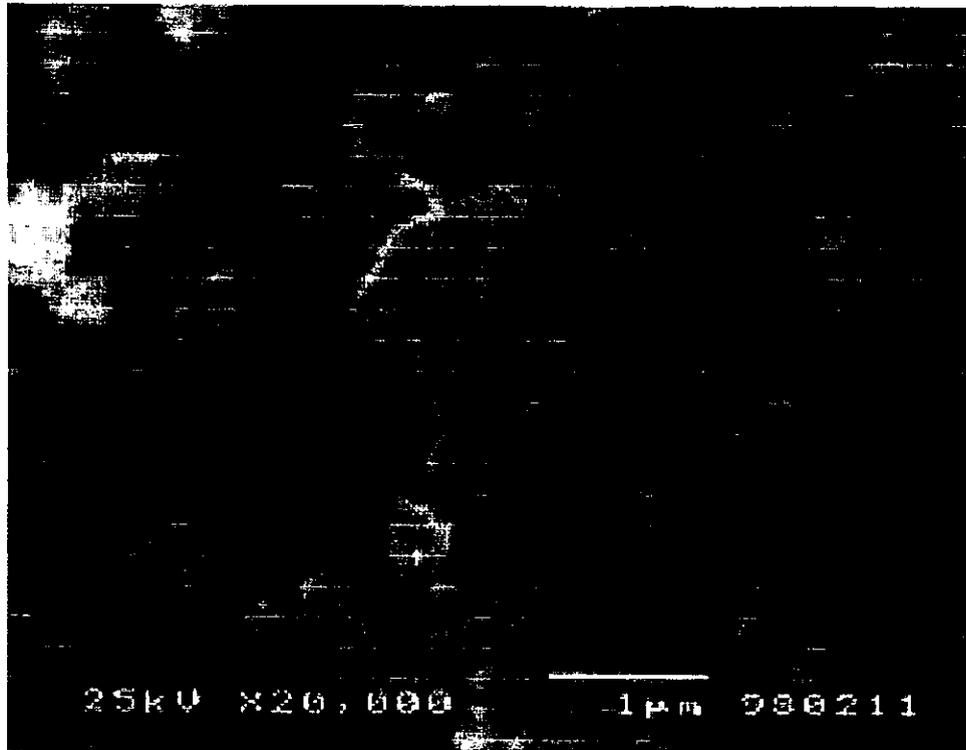


Figura 3.14 En la micrografía de la pintura roja se observan aglomerados de $0.4 \mu\text{m}$ de diámetro.

Tabla 3.7 Se presentan las formas encontradas en las diferentes pinturas.

Pintura	Verde	Negra	Amarilla	Naranja	Café	Roja
Estructura	Placas Sobre- puestas	Placas Sobre- puestas	Cristales	Aglomerados	Placas	Aglomerados

3.4 ANÁLISIS DE RESULTADOS

Por medio de la técnica de Microanálisis a través de Microscopía Electrónica de Barrido se determinaron los elementos presentes y el porcentaje en peso de los mismos en cada muestra.

Esta técnica nos permitió realizar la caracterización de los pigmentos, así el pigmento café contiene: Ca (24%), S (3%), Si (1%); el pigmento amarillo: Ca (24%), S (17%); el pigmento negro: Ca (15%), S (13%), Si (1%); el pigmento rojo: Ca (2%), S (1%), Mg (1%), Fe (3%); el pigmento verde: Ca (23%), S (17%), Si (2%), Al (1%), Mg (1%); el pigmento naranja: Ca (9%), S (3%), Si (10%), Na (6%).

Además nos ayudó a determinar la morfología y el tamaño de las partículas. Así el color negro se caracteriza por tener una serie de placas sobrepuestas de 0.5 μm de ancho por 2 μm de largo.

El color verde tiene una serie de placas alargadas de 0.5 μm de ancho por 2 μm de largo.

El color naranja tiene aglomerados de 0.7 μm de diámetro.

El color amarillo tiene cristales de calcita de 1 μm de diámetro.

El color café tiene aglomerados de 0.7 μm de diámetro.

El color rojo tiene aglomerados de 0.4 μm de diámetro.

CAPÍTULO 4.

ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FTIR)

4.1. FUNDAMENTOS DE LA ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

Un espectro de absorción infrarroja es totalmente diferente del de las regiones ultravioleta y visible. Incluso para compuestos relativamente sencillos hay una complicada disposición de picos máximos y mínimos. Sin embargo, es esta multiplicidad de picos la que caracteriza al espectro; no hay dos compuestos que den idénticos espectros. De este modo, es ampliamente aceptada la identidad de espectros de una muestra y una sustancia conocida como prueba de identidad de composición. La Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier se usa para determinar la presencia de grupos funcionales específicos.¹³

También se ha convertido en un instrumento indispensable como fuente de datos estructurales de sustancias orgánicas e inorgánicas.

La espectrofotometría de infrarrojo involucra los modos vibracionales y rotacionales de torsión y flexión de los átomos de una molécula.

El estudio de la región infrarroja y su interacción con la materia abarca un campo muy amplio, por lo cual se subdivide de acuerdo a los datos siguientes:

Tabla 4.1 Subdivisión de la Región de Infrarrojo

Región de Infrarrojo	Intervalo de Frecuencias (cm ⁻¹)	Intervalo de Longitudes de onda (μm)
Cercano (armónicos)	13,300-4,000	0.75-2.5
Medio (rotación-vibración)	4,000-400	2.5-25
Lejano (vibraciones de esqueleto)	400-20	25-500

Las ondas son producidas por radiaciones electromagnéticas, y esto permite estudiar los movimientos vibracionales de las moléculas.

La longitud de onda se expresa en unidades de longitud por ciclo; la unidad de longitud depende del tipo de radiación en este caso.

Tabla 4.2 Radiación de Infrarrojo

Tipo de Radiación	Longitud (m)	Unidad
Infrarrojo	10 ⁻³	Milimetro

En la interacción con la radiación infrarroja, parte de la radiación incidente se absorbe a longitudes de onda específicas; la multiplicidad de vibraciones que ocurren simultáneamente produce un espectro de absorción muy complejo que es característico solamente de los grupos funcionales que están presentes en la molécula y de la configuración global de la molécula. Los átomos o grupos atómicos de las moléculas están en continuo movimiento unos con respecto a otros.¹⁴

La espectroscopía infrarroja es usada para determinar los grupos mineralógicos presentes en una muestra, estos grupos vibran en forma única y característica de cada molécula, por tal razón se consideró necesario aplicar FTIR como técnica de caracterización para las muestras de pinturas a analizar.

4.2 DESARROLLO EXPERIMENTAL

4.2.1 EQUIPO UTILIZADO

Los componentes básicos que caracterizan a todos los espectrofotómetros modernos (figura 4.1) son:

1).- Una fuente de radiación infrarroja, que suministre la iluminación incidente sobre la muestra que se estudia.

2).- Un monocromador, que dispersa la energía radiante en sus muchas frecuencias. Para la región infrarroja ordinaria se requiere la utilización de materiales costosos y de purificación, en general estos materiales son cristales con redes de coordinación iónicas, tales como cloruro de sodio, bromuro de potasio, cloruro de plata y bromoyoduro de talio. Las características de absorción de cierto número de materiales ópticos empleados son en función de la longitud de onda.

3).- Una serie de rendijas o aberturas, selecciona la banda estrecha de frecuencia que incide sobre el detector, transformando la energía de la banda de frecuencias en una señal eléctrica, que se amplifica lo suficiente para ser registrada.

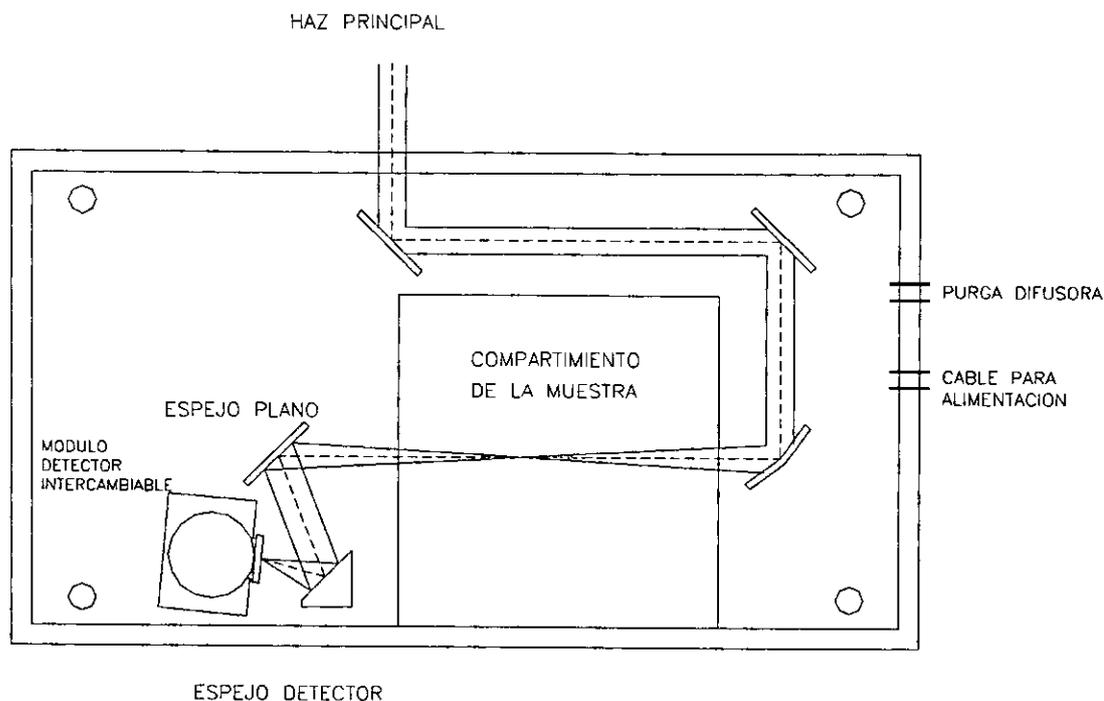


Figura 4.1 Componentes de un espectrofotómetro típico de infrarrojo.

Se usan como fuentes sólidos calentados, y la detección de la radiación es conseguida por medio de dispositivos sensibles al calor. Para la dispersión del calor se emplean frecuentemente prismas; estos están contruidos de materiales transparentes al infrarrojo, tales como cloruro de sodio, fluoruro de litio o fluoruro de calcio. Debido a que la mayoría de estos materiales son atacados por el vapor de agua, debe tenerse mucho cuidado en evitar el deterioro por esta causa.¹⁵

Para enfocar la radiación se emplean espejos cóncavos, mejor que lentes, a fin de reducir pérdidas de energía y también a causa de que no se dispone de buenas lentes acromáticas para este tipo de radiación.

Se emplean dos tipos de materiales para suministrar la energía radiante, necesaria para trabajar en la región infrarroja.

Estos materiales son ó sustancias refractarias que se calientan al rojo, ó un arrollamiento de hilo Nicrom que se calienta por resistencia hasta la incandescencia.

La radiación de estos materiales se emite con una distribución de longitudes de onda característica de la temperatura de los mismos.

Se utilizó el espectrofotómetro NICOLET 910, él cual utiliza la región de infrarrojo medio ($4000-400\text{ cm}^{-1}$), que utiliza un laser de He-Ne como fuente de radiación y es propiedad del Instituto de Física de la UNAM.

4.2.2. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

La preparación de las muestras se realizó de la siguiente forma:

- 1).- Se raspó el pigmento, con la menor cantidad de estuco posible.
- 2).- Se molieron las muestras hasta obtener un polvo fino.
- 3).- Se mezclaron con KBr en proporción 1:10
(Se utilizó KBr porque es un medio dispersante que es perfectamente transparente a la radiación infrarroja)
- 4).- Se verificó que el portamuestras estuviera limpio
- 5).- Se colocaron en el portamuestras quedando la superficie plana
- 6).- Se analizaron en el espectrofotómetro

4.3 RESULTADOS EXPERIMENTALES

Los resultados obtenidos en la caracterización por medio de espectroscopía infrarroja, consisten en los espectros de las diferentes muestras en los que se muestran las bandas de absorción asociadas a los minerales que constituyen a las muestras; estas bandas se comparan con las encontradas en la literatura y esta comparación se presenta en las tablas para los diferentes minerales encontrados.¹⁷

Los resultados se presentan a continuación:

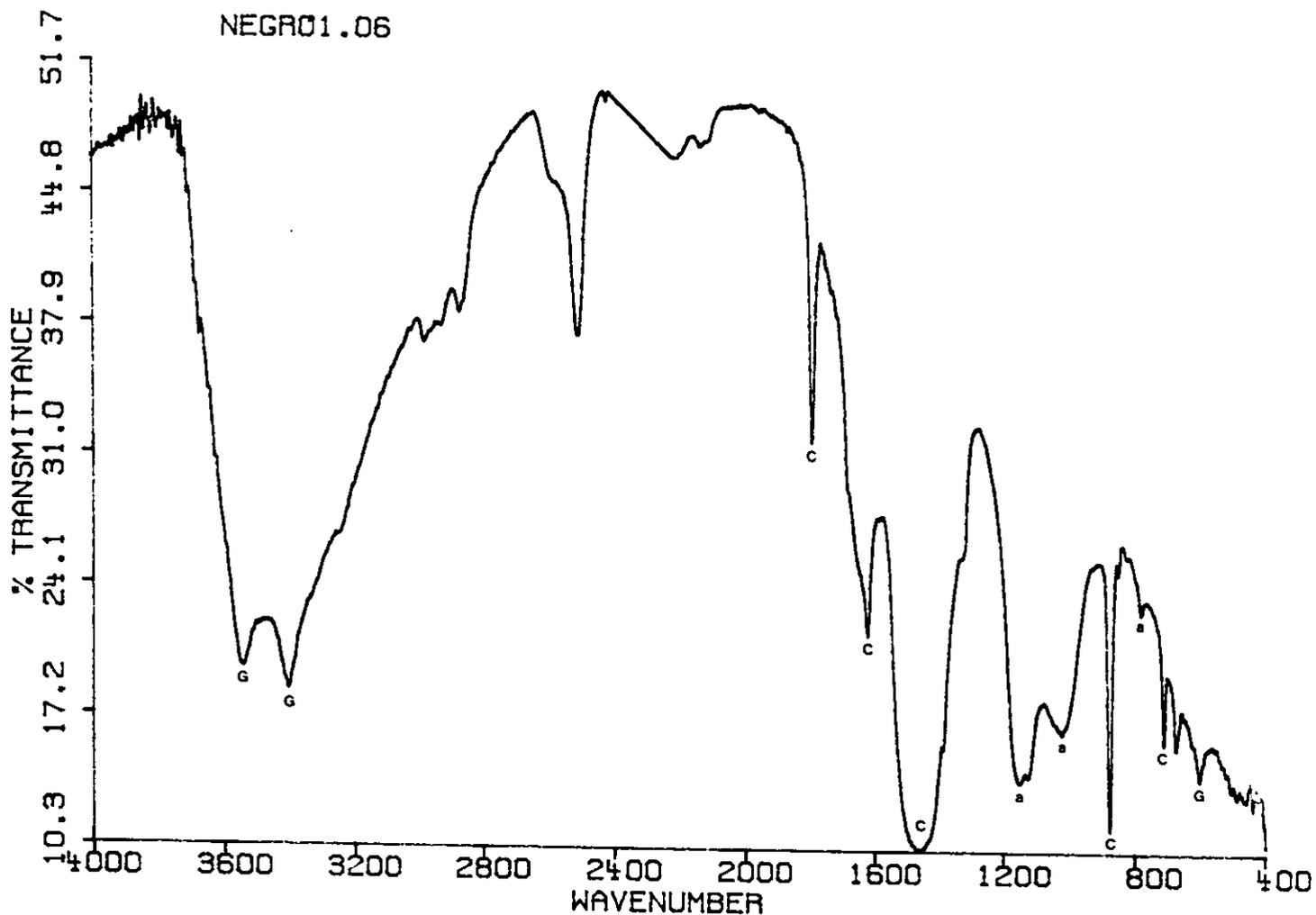


Figura 4.2 Espectro del pigmento negro.
(C-Calcita, G-Yeso, a-anortita).

Tabla 4.3 Datos teóricos y experimentales correspondientes al espectro del pigmento negro (cm^{-1}).

Pigmento Negro					
Calcita (C)		Yeso(G)		anortita (a)	
Teórico	Experimental	Teórico	Experimental	Teórico	Experimental
1423	1456	3543	3541	1146	1132
876	879	3400	3400	1023	1020
712	710	662	667	758	773
1625	1618	606	597		
1787	1794				

NARANJA1.D9

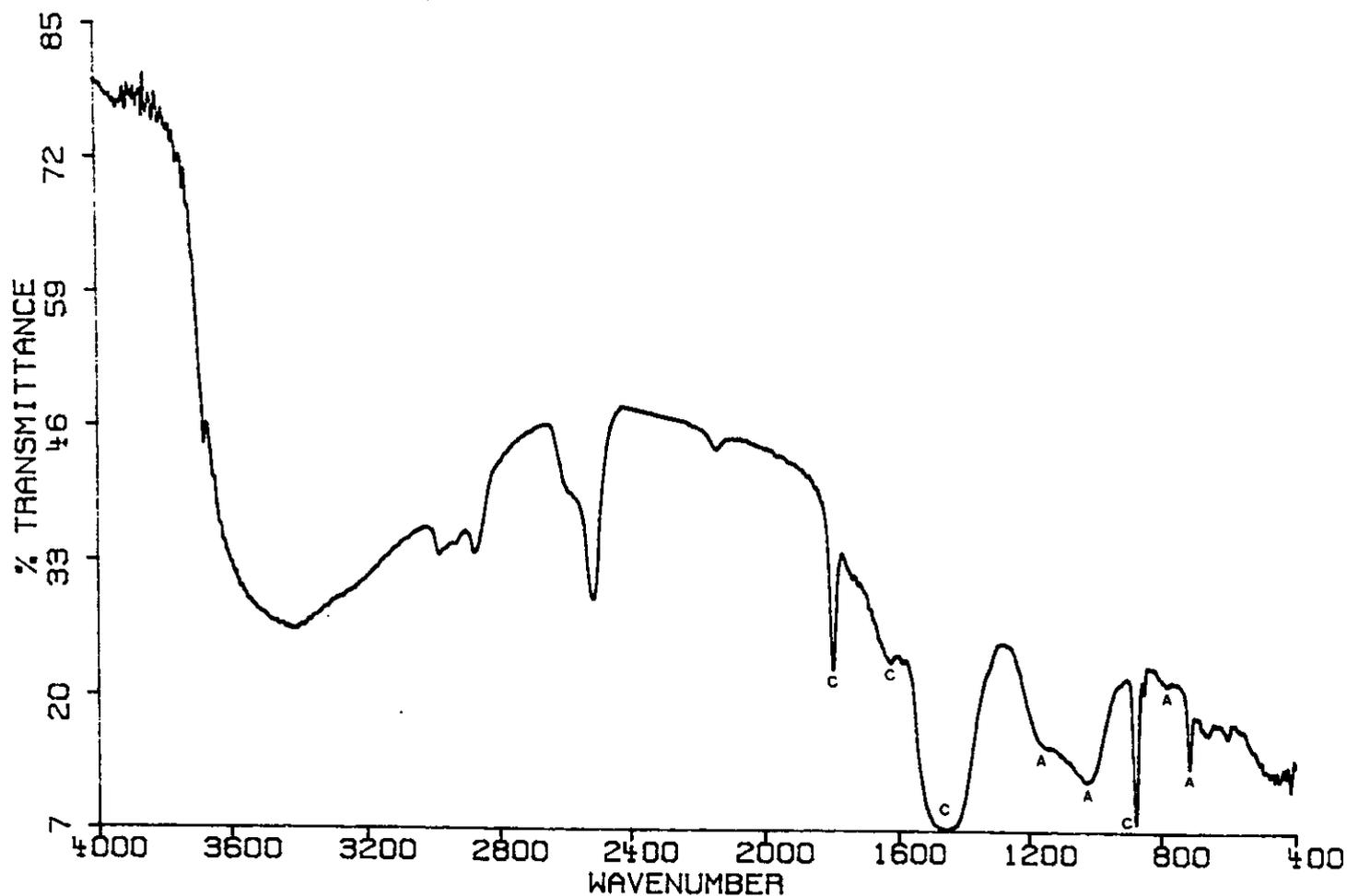


Figura 4.3 Espectro del pigmento naranja.
(C-Calcita, A-Albita, a-anortita).

Tabla 4.4 Datos teóricos y experimentales correspondientes
al espectro del pigmento naranja (cm⁻¹).

Pigmento Naranja					
Calcita (C)		Albita (A)		anortita (a)	
Teórico	Experimental	Teórico	Experimental	Teórico	Experimental
1423	1457	1150	1144	1146	1144
876	843	1035	1019	1023	1019
712	709	786	778	758	778
1787	1792	720	707	758	778
1625	1620				

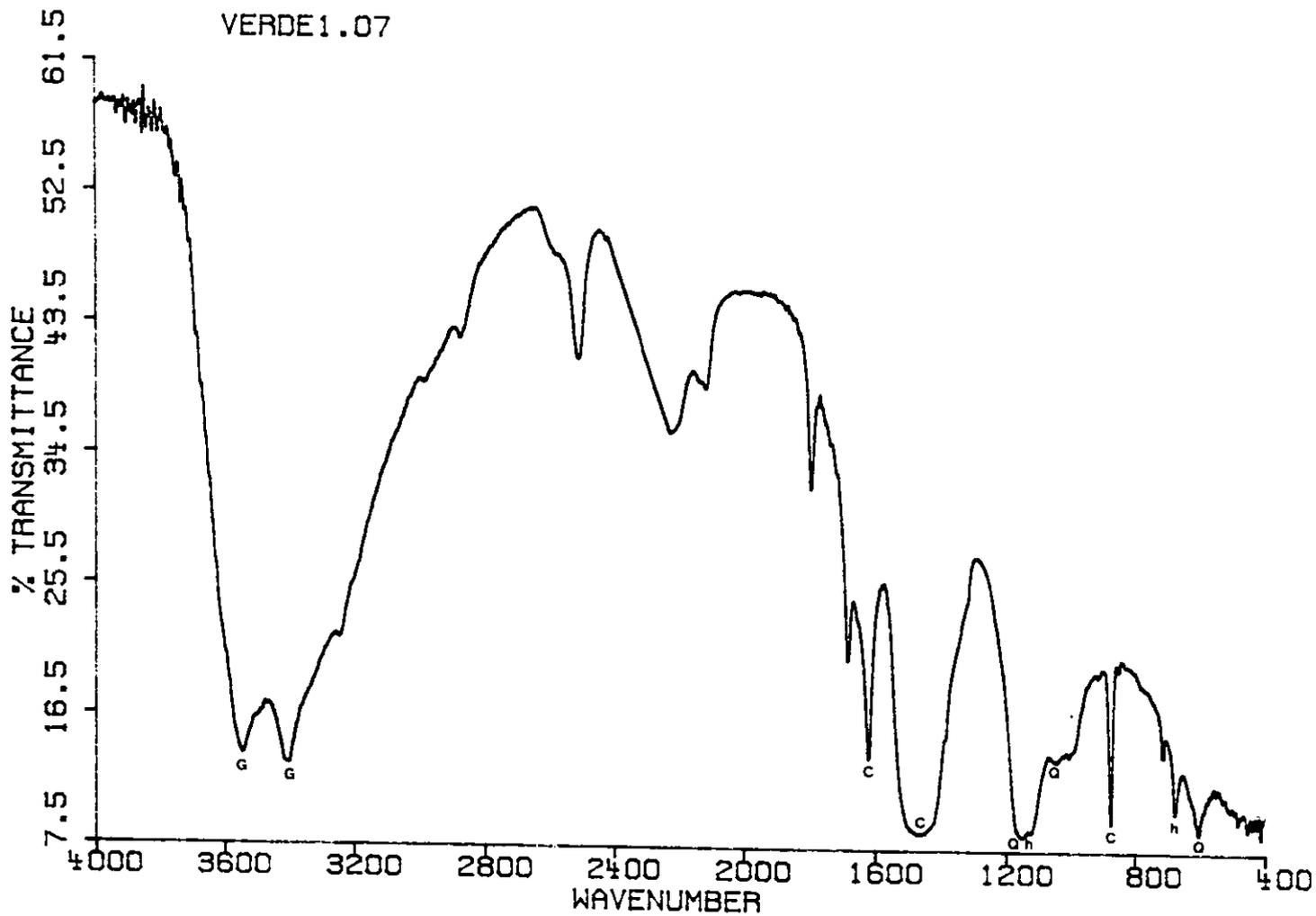


Figura 4.4 Espectro del pigmento verde.
(C-Calcita, G-Yeso, Q-Cuarzo, h-Anhidrita).

Tabla 4.5 Datos teóricos y experimentales correspondientes al espectro del pigmento verde (cm^{-1}).

Pigmento Verde							
Calcita (C)		Yeso(G)		Cuarzo(Q)		Anhidrita (h)	
Teórico	Experim.	Teórico	Experim.	Teórico	Experim.	Teórico	Experim.
1423	1456	3540	3541	1170	1146	1155	1146
876	872	3400	3400	1020	1020	677	667
668	667	668	667	693	597	600	597
1625	1618	606	597				

ROJ01.08

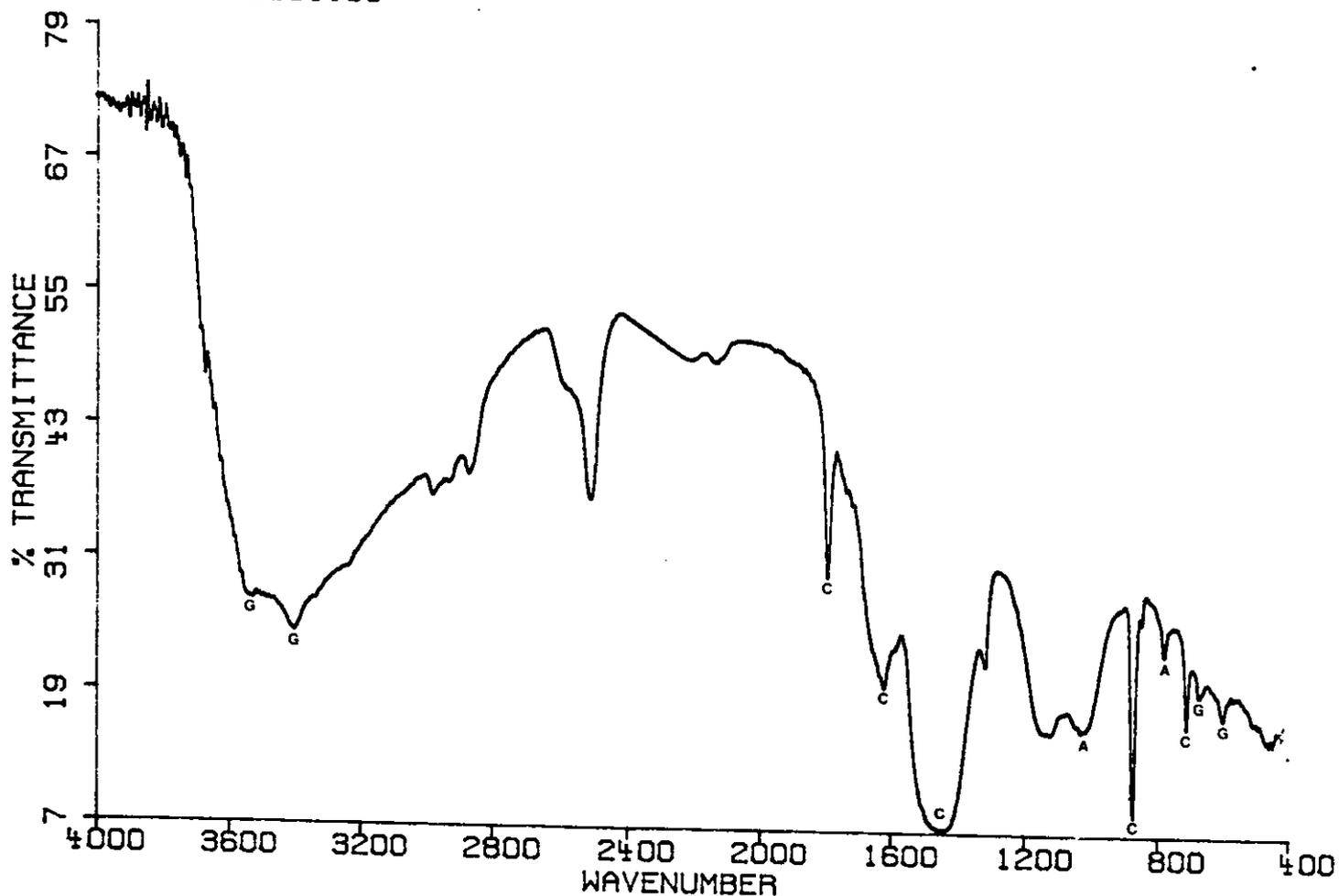


Figura 4.5 Espectro del pigmento rojo.
(C- Calcita, G- Yeso, A- Albita).

Tabla 4.6 Datos teóricos y experimentales correspondientes al espectro del pigmento rojo (cm⁻¹).

Pigmento Rojo					
Calcita (C)		Albita (A)		Yeso(G)	
Teórico	Experimental	Teórico	Experimental	Teórico	Experimental
1423	1435	1035	1020	3540	3541
876	872	786	780	3400	3408
712	710	720	710	668	667
1625	1611			606	597
1787	1794				

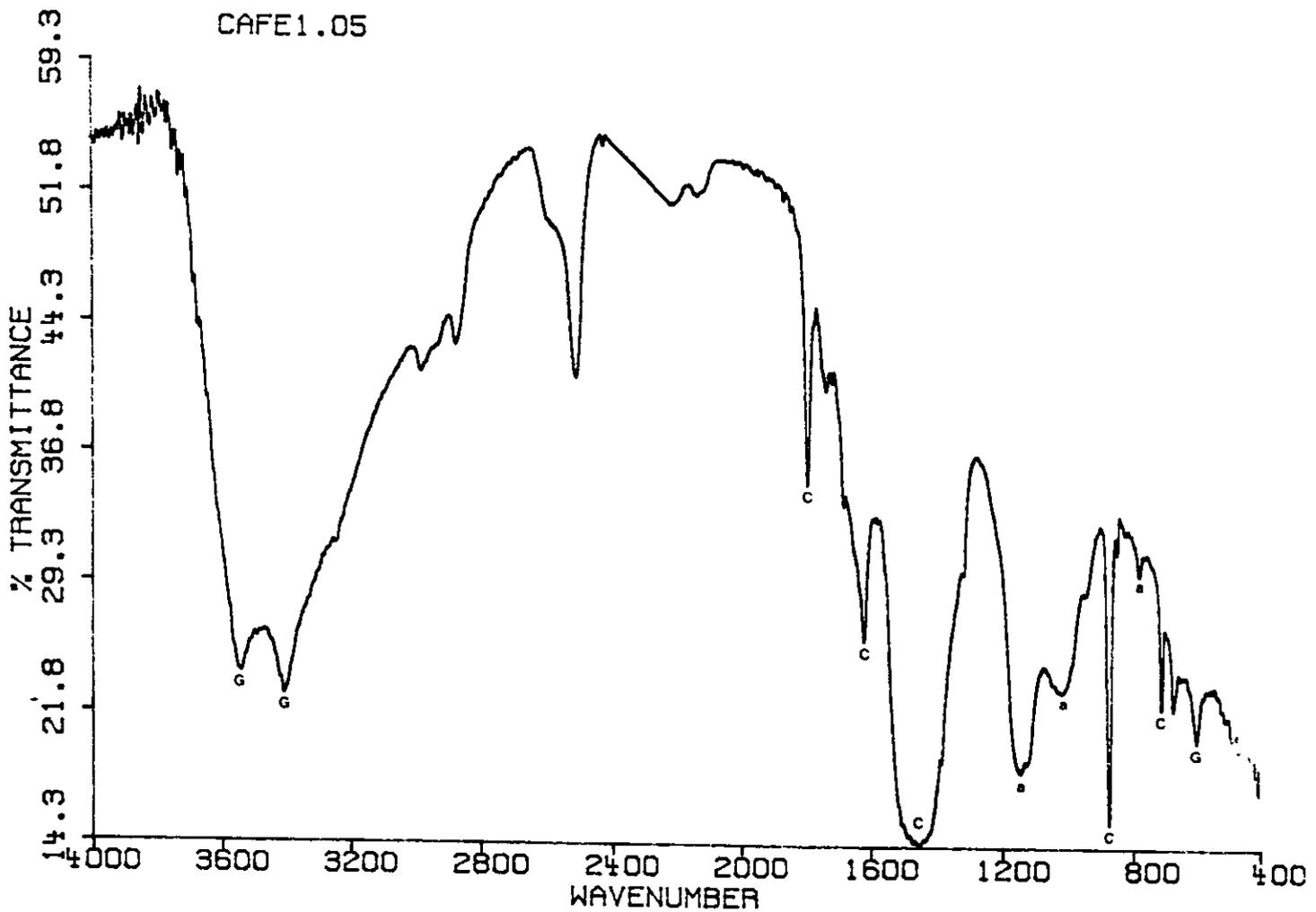


Figura 4.6 Espectro del pigmento café.
(C-Calcita, G-Yeso, a-anortita).

Tabla 4.7 Datos teóricos y experimentales correspondientes al espectro del pigmento café (cm^{-1}).

Pigmento Café					
Calcita (C)		Yeso(G)		anortita (a)	
Teórico	Experimental	Teórico	Experimental	Teórico	Experimental
1423	1449	3543	3541	1146	1139
876	872	3400	3400	1023	1013
712	710	668	667	758	780
1625	1618	606	604	607	604
1787	1794				

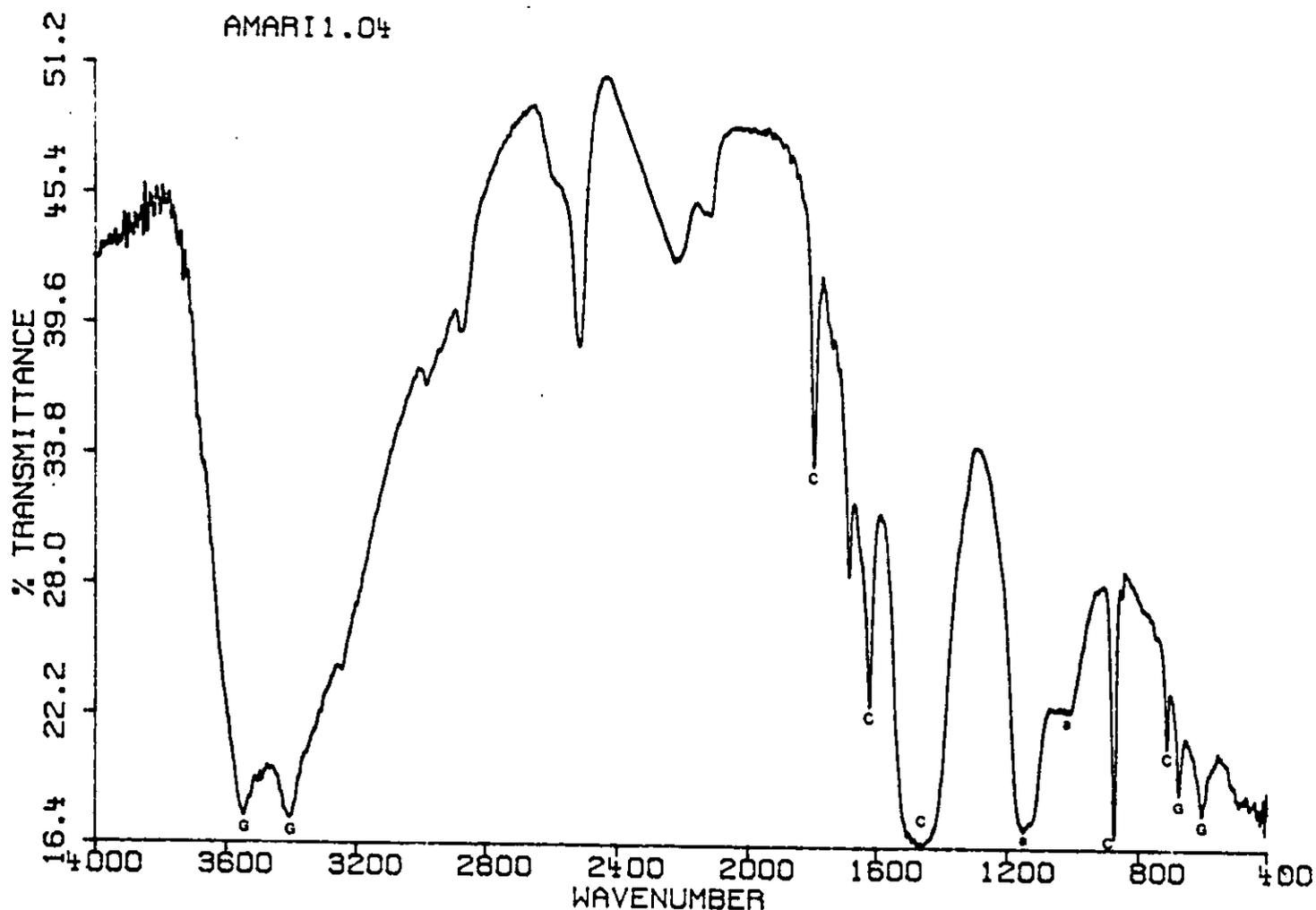


Figura 4.7 Espectro del pigmento amarillo
(C-Calcita, G-Yeso, a-anortita).

Tabla 4.8 Datos teóricos y experimentales correspondientes
al espectro del pigmento amarillo (cm^{-1}).

Pigmento Amarillo					
Calcita (C)		Yeso(G)		anortita (a)	
Teórico	Experimental	Teórico	Experimental	Teórico	Experimental
1423	1483	3543	3541	1146	1146
876	872	3400	3400	1023	1027
712	703	668	667	728	703
1787	1794	606	597	664	667
1625	1618				

Tabla 4.9 Estructuras encontradas para los diferentes pigmentos.

	Negro	Café	Amarillo	Naranja	Rojo	Verde
Calcita	x	x	x	x	x	x
Albita				x	x	
Anortita	x	x	x	x		
Cuarzo						x
Yeso	x	x	x		x	x
Anhidrita						x

4.4 ANÁLISIS DE RESULTADOS

Por medio de esta técnica (FTIR) se pudo determinar la presencia de Calcita, Yeso y Anortita, en los espectros de los pigmentos Negro, Café y Amarillo.

En el espectro del pigmento verde se encontró Calcita, Yeso, Cuarzo y Anhidrita.

A través del espectro del pigmento naranja se determinó la presencia de Calcita, Albita y Anortita.

Y por último el espectro del pigmento rojo nos proporcionó la presencia de Calcita, Yeso y Albita.

CAPÍTULO 5.

DIFRACCIÓN DE RAYOS X

5.1 FUNDAMENTOS DEL MÉTODO DE RAYOS X

La técnica por difracción de Rayos X se utiliza en campos como la metalurgia, geología, química orgánica e inorgánica, cerámica, farmacia, medicina, etc.

Los Rayos X se pueden definir como una radiación electromagnética producida por la desaceleración en el impacto de un haz de electrones de gran energía contra los átomos de un obstáculo. De acuerdo con la longitud de onda, los Rayos X se pueden clasificar en el intervalo de aproximadamente 10^{-5} a 100 \AA ($1 \text{ \AA} = 10^{-8} \text{ cm}$), aunque para fines experimentales en difracción de Rayos X, 0.5 a 2.5 \AA es suficiente.

En efecto los átomos ordenados en los cristales, desvían los Rayos X originando patrones de difracción a partir de los cuales se calculan los parámetros deseados.

A través del fenómeno de difracción de esta radiación es posible determinar que estructuras cristalológicas (o sea la cristalinidad y la composición de las fases cristalinas) están presentes en la muestra, ya que cada una de ellas produce "picos" (reflexiones de Bragg) de difracción característicos.

La gran ventaja de la caracterización por difracción de Rayos X, es que al emitir estos sobre la muestra, se obtiene un difractograma característico de cada compuesto, esto quiere decir que para cada compuesto que se tenga en la muestra este va a tener un patrón de difracción característico.

El dispositivo común en los laboratorios para generar la radiación X se le conoce como tubo de Rayos X. Consta básicamente de una fuente de electrones y dos electrodos. El alto voltaje aplicado a través de electrodos acelera los electrones hacia el ánodo, al cual también se le llama anticátodo o blanco. Los Rayos X son generados en el punto de impacto de los electrones con el ánodo e irradiados en todas direcciones. Los anticátodos más utilizados están hechos de cobre, cobalto, molibdeno, plata y tungsteno.

Durante el impacto es posible producir dos tipos de espectros de Rayos X: continuo y característico. El espectro continuo se denomina así porque su intensidad varía de manera continua con la longitud de onda, posee un límite bien definido en el extremo de longitudes de onda mínimas de acuerdo con el voltaje aplicado.

El espectro característico está formado esencialmente por radiaciones cuyas energías varían de manera discreta. Este espectro se presenta después de un voltaje determinado y superpuesto al espectro continuo.

La radiación X siempre es parcialmente absorbida al atravesar la materia y la intensidad del haz de Rayos X transmitido estará en relación con el coeficiente de absorción másico de Rayos X y el grosor del material que está siendo atravesado.

5.2 MÉTODO DE POLVOS

El método de Rayos X conocido como "Método de polvos", se llama así por el uso de un espécimen policristalino, el cual puede tener muchas formas físicas, pero casi siempre es un polvo.

En el estado sólido, las sustancias están formadas por partículas (iones, moléculas, átomos) que ocupan posiciones más o menos fijas. Si estas posiciones se repiten a intervalos regulares en todas las direcciones del espacio, se dice que la sustancia es cristalina; pero si la ordenación de posiciones es irregular y a poca distancia, como en los vidrios, se dice que la sustancia es amorfa (o vítrea).¹⁶

En la actualidad se han diversificado mucho las técnicas por difracción de Rayos X, pero en general, se emplean con dos objetivos principales:

- a).- Estructuralmente.- Para conocer la constitución de compuestos puros tales como minerales, compuestos orgánicos, organometálicos, inorgánicos, etcétera.
- b).- Analíticamente.- Para la identificación y determinación, a veces cuantitativa, de las fases presentes en las mezclas.

La difracción de Rayos X por cristales se ha tratado mediante la Ley de Bragg, se representa a los cristales construidos por familias de planos que actúan como espejos semitransparentes donde al incidir un haz monocromático de Rayos X, ocurre el proceso de la difracción. Si el espaciamiento interplanar se denomina "d" esta condición se expresa por:

$$n\lambda = 2d \text{ sen } \theta$$

ecuación conocida como Ley de Bragg, donde:

n= número entero

d= distancia interplanar

θ = ángulo de Bragg

λ = longitud de onda de los Rayos X incidentes.

5.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL.

5.3.1 EQUIPO UTILIZADO.

Difractómetro de polvos.

El difractómetro está constituido por un goniómetro para medir los ángulos de difracción, el cual está acoplado a un sistema de "conteo" y circuitos electrónicos para determinar la intensidad de la difracción a cualquier ángulo.

La radiación difractada recibida en el contador se transforma a pulsos electrónicos, los cuales son amplificados y alimentados a diversos circuitos para su medición ya sea en cuentas por segundo o más comúnmente en una gráfica de intensidad vs. ángulo de difracción, a la que se le denomina "difractograma".¹⁶

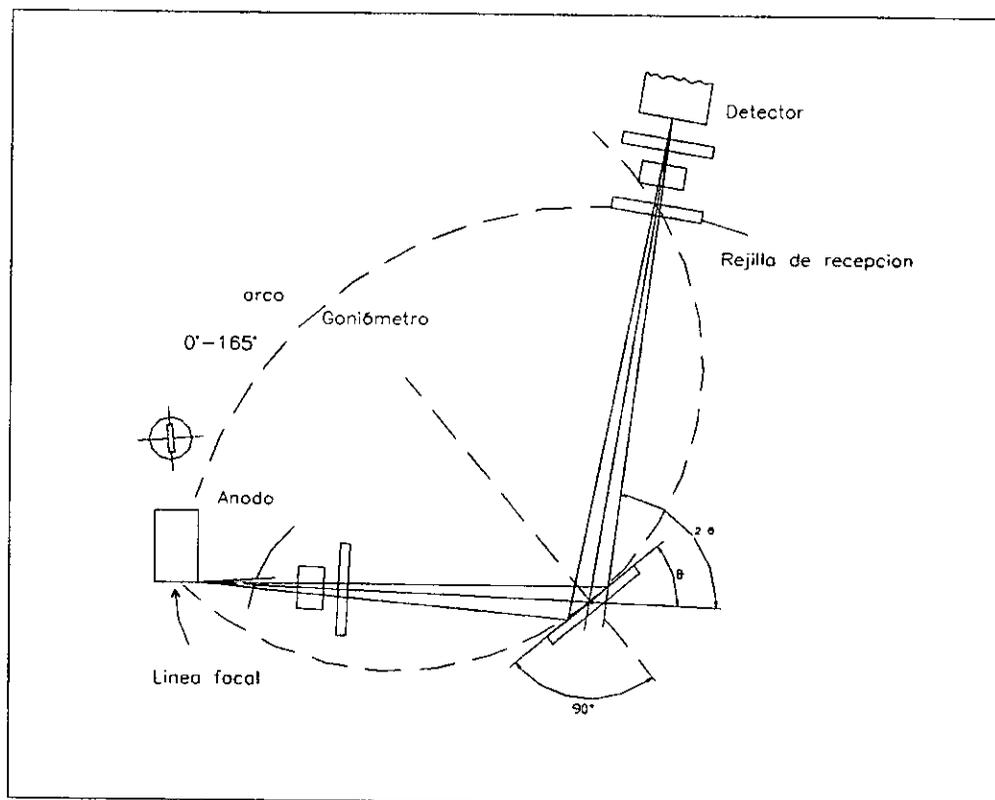


Figura 5.1 Geometría de un difractómetro de polvos.

Donde el haz de radiación emitido por la fuente del tubo de Rayos X, pasa a través de unas placas paralelas, una rejilla de divergencia e irradia la superficie plana del espécimen. Todos los rayos difractados en el ángulo de Bragg, por los cristalitas con la orientación adecuada, convergen en la rejilla receptora, en el conjunto de placas paralelas, en la rejilla de dispersión y en el detector.

5.3.2 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

El éxito de un experimento de difracción depende, frecuentemente, de la preparación adecuada del espécimen y del tipo de instrumento disponible. La información contenida en un patrón de difracción puede ser usada para: identificar las fases de una muestra, cuantificar su contenido, calcular el tamaño de cristalito, etcétera, por lo que la preparación del espécimen, estará en función del tipo de información deseada. Los factores más importantes que suelen afectar los datos de difracción son: tamaño y forma física de la muestra, presencia de orientaciones en el cristalito, posición de la muestra en el instrumento, posibles variaciones composicionales inducidas durante el manejo de la muestra, etcétera.

Para la difracción de Rayos X, las muestras se prepararon de la siguiente manera:

- 1).- Se toma un trozo de estuco sin ser triturado.
- 2).- Se coloca la muestra en la cavidad de un portamuestras generalmente de fondo plano, de tal forma que la superficie de la muestra quede completamente plana con respecto al resto de la superficie del portamuestras.
- 3).- Se coloca el portamuestras en el difractómetro para su análisis.

5.3 RESULTADOS EXPERIMENTALES

Los resultados experimentales se presentan en los siguientes difractogramas para cada pigmento, donde podemos conocer los compuestos presentes en cada muestra.

Conociendo las distancias interplanares y la intensidad relativa se consultaron las tablas Powder Diffraction File (PDF) para comparar valores experimentales con teóricos y así conocer los compuestos presentes en las muestras.¹⁶

Se hace la comparación de distancias interplanares teóricas con las distancias interplanares experimentales donde:

- $d_{\text{teó.}}$ = Distancia interplanar teórica.
- $d_{\text{exp.}}$ = Distancia interplanar experimental.
- $I/I_{\text{teó.}}$ = Intensidad relativa teórica.
- $I/I_{\text{exp.}}$ = Intensidad relativa experimental.

Z-Theta - Scale

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES. 18-Oct-1996 13:47

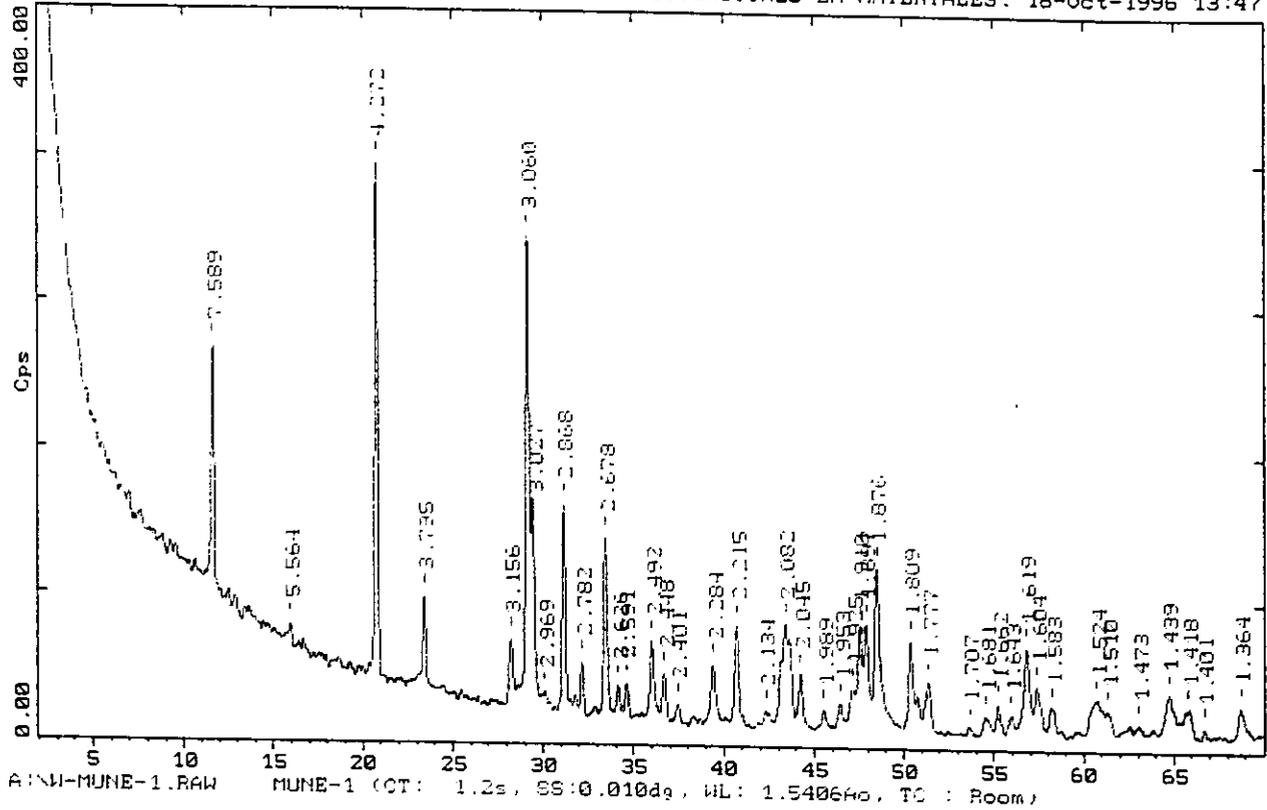


Figura 5.2 Difractograma del pigmento negro con distancia interplanar experimental.

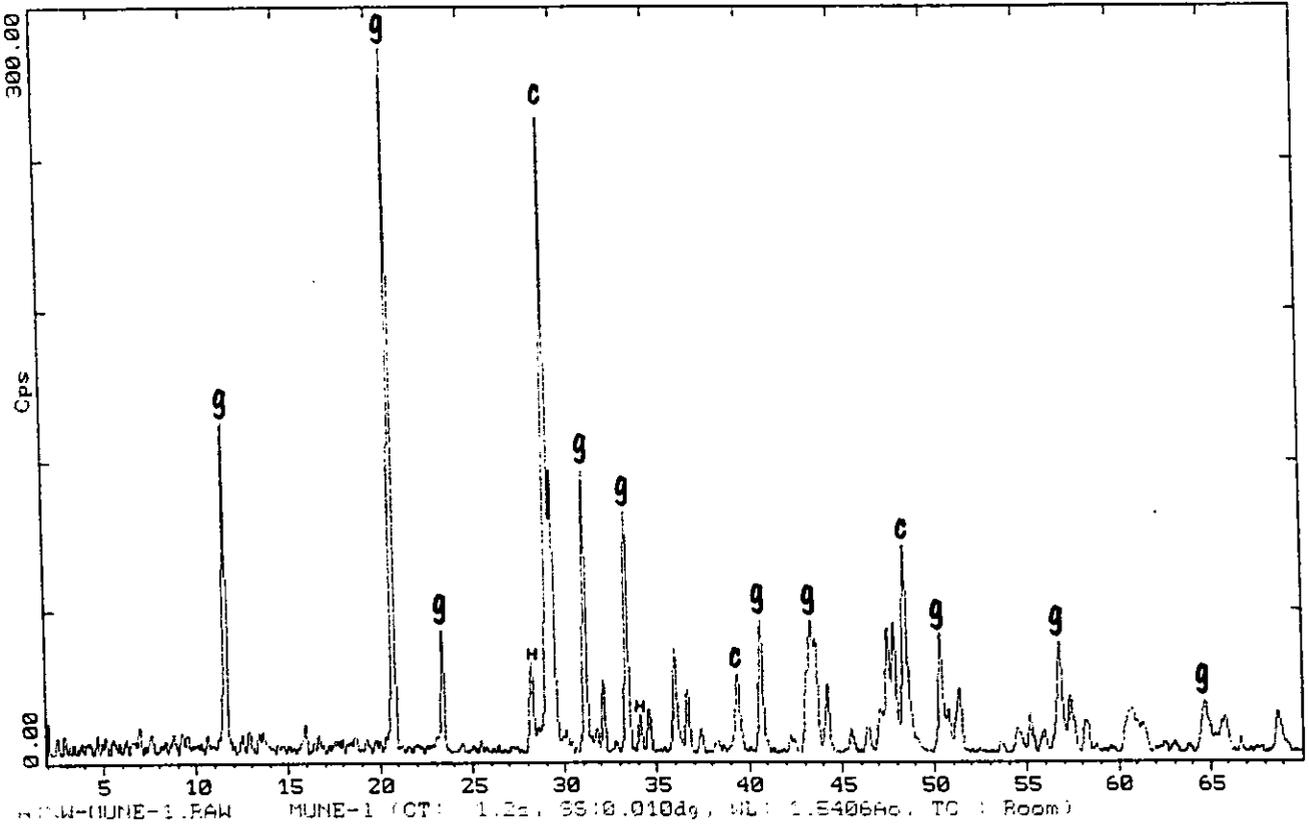


Figura 5.3 Difractograma del pigmento negro.

(C-Calcita, H-Hanebachita, g-Yeso)

Tabla 5.1 Análisis del difractograma del pigmento negro comparando con tarjetas PDF.

*Ver Apéndice.

33-0311=Yeso.

dÅteo	dÅexp.	I/Iteo	I/Iexp.
4.283	4.272	100	100
3.799	3.795	17	18.7
3.065	3.060	75	90.6
2.873	2.868	45	40.6
2.789	2.782	10	11.7
2.685	2.678	35	35.1
2.495	2.492	11	15.6
2.219	2.215	15	19.5
2.086	2.082	25	19.5
1.899	1.890	15	18.7

5-0586=Calcita.

dÅteo	dÅexp.	I/Iteo	I/Iexp.
3.86	3.79	12	17.8
3.035	3.027	100	100
2.495	2.492	14	10.9
2.285	2.284	18	21.9
2.095	2.082	18	30.1
1.913	1.910	17	32.8
1.875	1.876	17	19.1
1.604	1.604	8	15.0
1.525	1.524	5	5.4
1.440	1.439	5	5.4

39-0725=Hanebachita.

dÅteo	dÅexp.	I/Iteo	I/Iexp.
5.36	5.564	46	29.1
3.157	3.156	100	100
2.973	2.969	10	17.6
2.820	2.782	17	35.2
2.625	2.626	60	52.9
1.958	1.953	14	23.5
1.851	1.876	25	35.2
1.806	1.809	15	23.5
1.676	1.681	9	23.5

2-Theta - Scale

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES. 03-Apr-1998 13:56

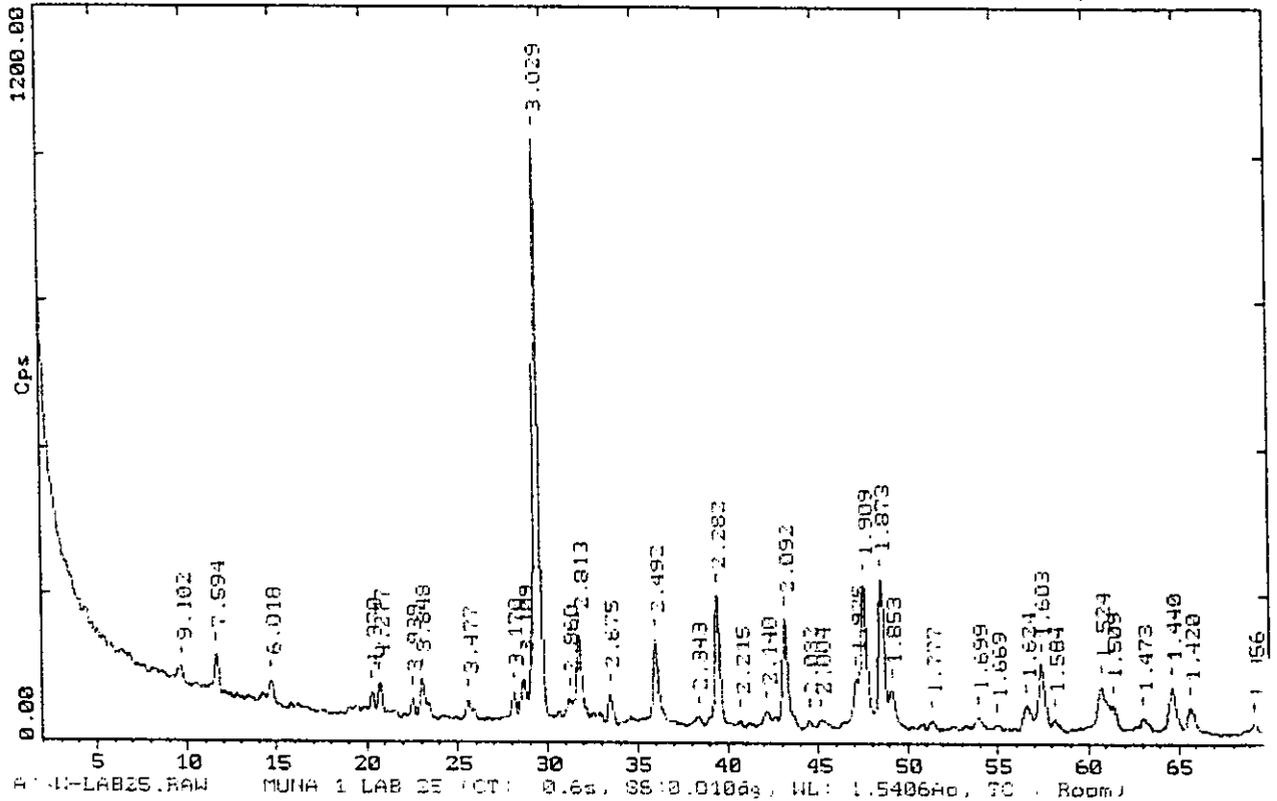


Figura 5.3 Difractograma del pigmento naranja con distancia interplanar experimental.

2-Theta - Scale

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES. 23-Mar-1998 10:20

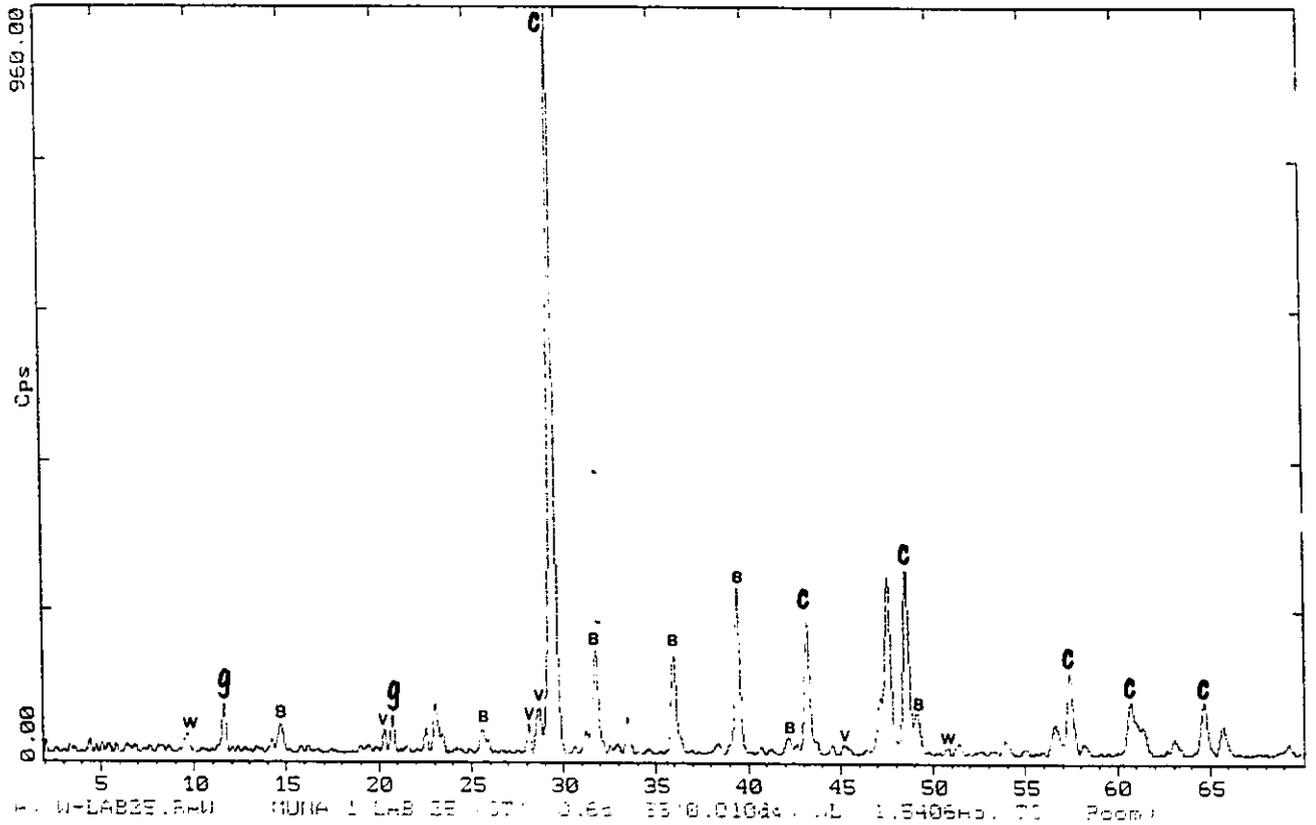


Figura 5.4 Difractograma del pigmento naranja.

(C-Calcita, B-Basanita, g-Yeso, v-Glauberita, w-Hidroglauberita)

Tabla 5.2 Análisis del difractograma del pigmento naranja comparando con tarjetas PDF.

*Ver Apéndice.

5-0586=Calcita.

dÅteo	dÅexp	I/Iteo	I/Iexp
3.86	3.848	12	8.5
3.035	3.029	100	100
2.095	2.092	18	29.2
1.913	1.909	17	26.8
1.875	1.873	17	19.5
1.626	1.624	4	6.09
1.604	1.603	8	9.7
1.525	1.524	5	9.7
1.440	1.440	5	8.5

33-0310=Basanita.

dÅteo	dÅexp	I/Iteo	I/Iexp
6.0	6.018	70	35
3.469	3.477	55	30
3.006	3.029	100	90
2.807	2.813	85	100
2.139	2.140	20	20
1.847	1.853	55	35
1.694	1.699	14	20
1.667	1.699	9	10

33-0311=Yeso.

dÅteo	dÅexp	I/Iteo	I/Iexp
7.63	7.594	100	100
4.283	4.277	100	80
3.065	3.029	75	70
2.873	2.860	45	50
2.685	2.675	35	30
2.086	2.092	25	30
1.899	1.909	16	20
1.778	1.777	12	20

Continuación de Tabla 5.2

19-1187=Glauberita.

d \dot{A} teo	d \dot{A} exp	I/Iteo	I/Iexp
6.214	6.018	20	70
3.945	3.939	45	60
3.175	3.170	75	70
3.126	3.109	100	100
2.861	2.860	50	50
2.677	2.675	60	70
2.346	2.343	20	30
2.036	2.032	20	30
2.006	2.004	40	30

24-1071=Hidroglauberita.

d \dot{A} teo	d \dot{A} exp	I/Iteo	I/Iexp
9.2	9.102	90	100
4.60	4.370	80	50
4.20	4.277	60	33.3
3.52	3.477	60	33.3
2.25	2.215	60	33.3
1.79	1.777	40	50
1.67	1.699	50	33.3
1.52	1.524	30	50
1.38	1.356	30	50

2-Theta - Scale

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES. 18-Oct-1996 16:25

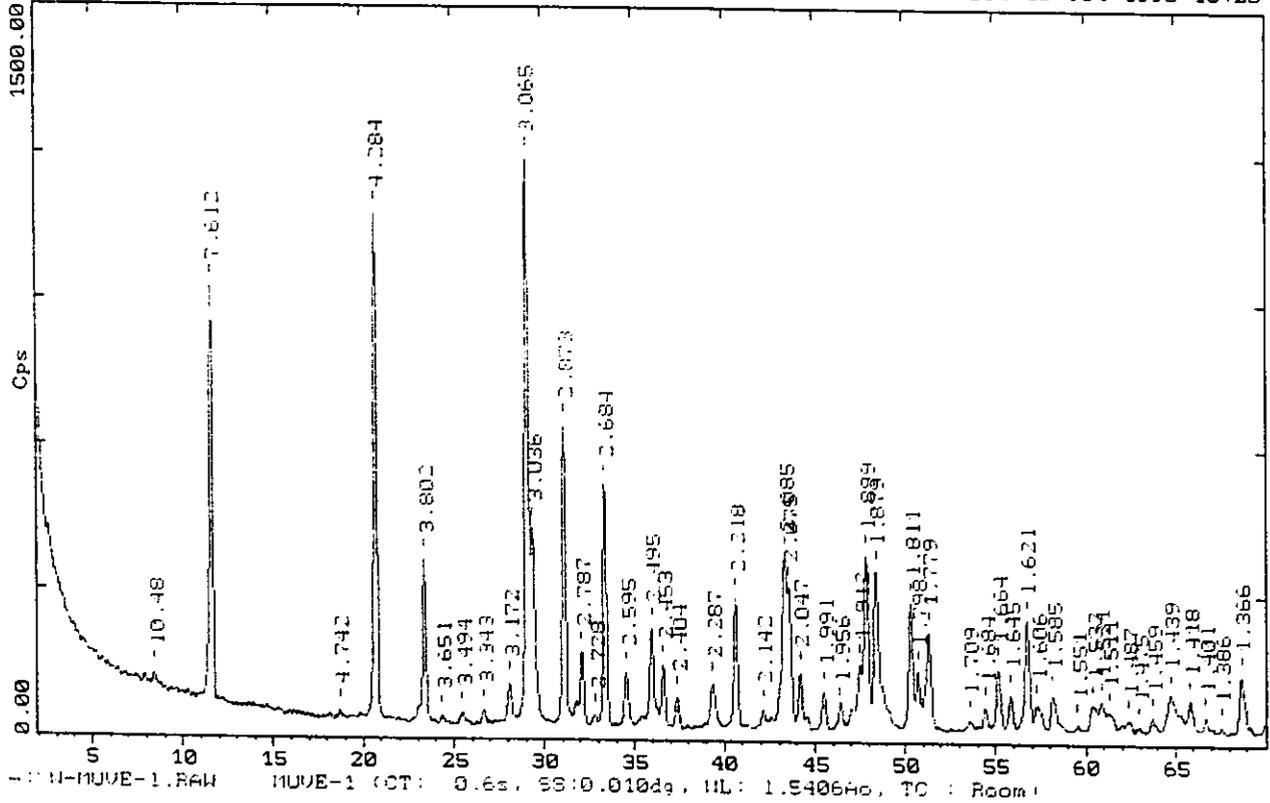


Figura 5.4 Difractograma del pigmento verde con distancia interplanar.

2-Theta - Scale

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES. 11-Mar-1998 16:02

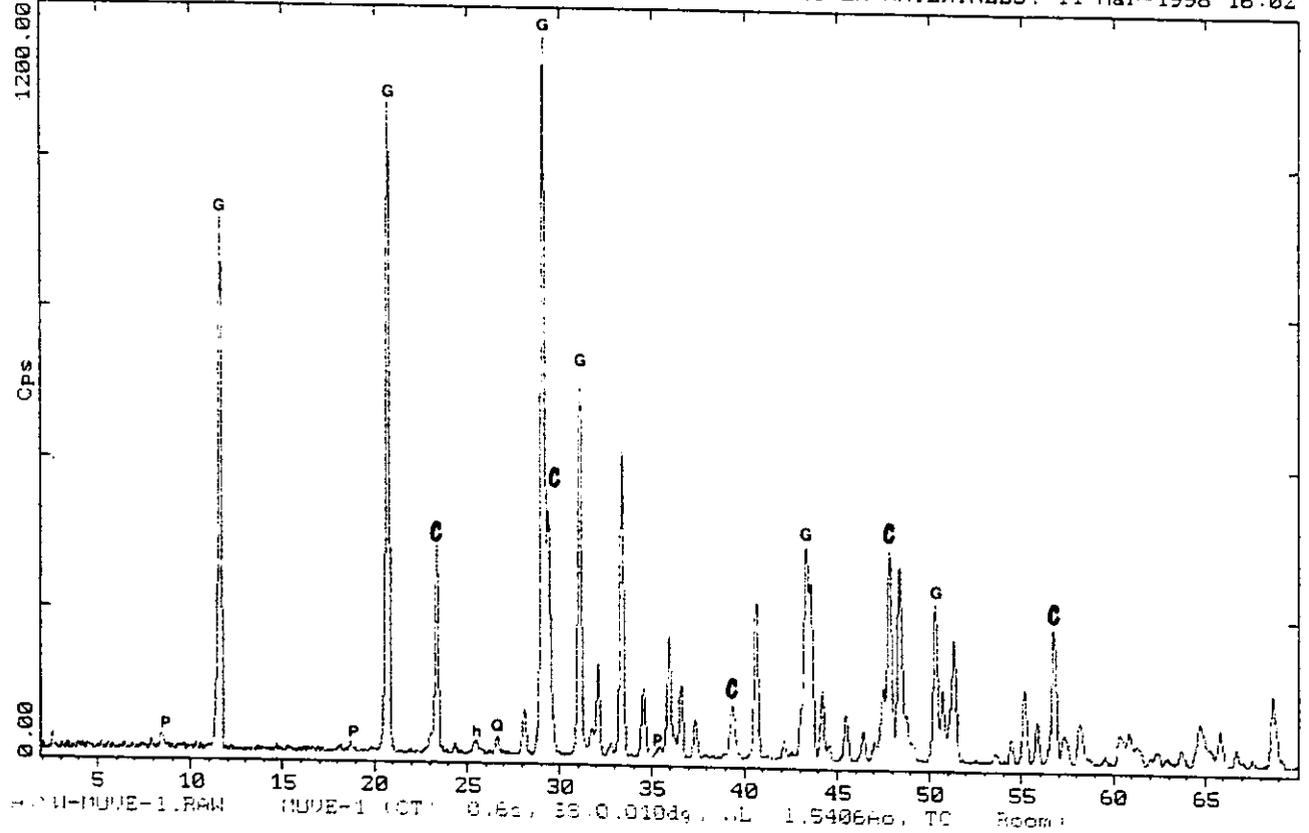


Figura 5.5 Difractograma del pigmento verde.

(C-Calcita, Q-Cuarzo, P-Paligorskita, h-Anhidrita, g-Yeso)

Tabla 5.3 Análisis del difractograma del pigmento verde comparando con tarjetas PDF.

*Ver Apéndice.

33-0311=Yeso.

dÅteo	dÅexp	I/Iteo	I/Iexp
7.63	7.612	100	73.0
4.283	4.284	100	90.0
3.799	3.802	17	25.3
3.065	3.065	75	100
2.873	2.873	45	53.8
2.685	2.684	35	43.8
2.219	2.218	15	23.0
2.086	2.085	25	30.0
2.074	2.075	15	24.6
1.899	1.899	16	26.1

5-0586=Calcita.

dÅteo	dÅexp	I/Iteo	I/Iexp
3.86	3.802	12	24.4
3.035	3.036	100	100
2.285	2.287	18	24.4
2.095	2.085	18	28.8
1.913	1.912	17	26.6
1.875	1.879	17	24.4
1.604	1.606	8	13.3
1.525	1.521	5	13.3
1.422	1.418	3	15.5

33-1161=Cuarzo.

dÅteo	dÅexp	I/Iteo	I/Iexp
4.257	4.284	22	40
3.342	3.343	100	100
2.457	2.453	8	20
1.817	1.811	14	30
1.541	1.551	9	20
1.375	1.386	7	20
1.371	1.386	8	20

Continuación de Tabla 5.3

37-1496=Anhidrita.

d \hat{A} teo	d \hat{A} exp	I/Iteo	I/Iexp
3.499	3.494	100	100
2.849	2.873	29	75
2.328	2.287	20	25
2.209	2.218	20	25
1.869	1.879	16	25
1.648	1.645	15	25

21-0958=Paligorskita.

d \hat{A} teo	d \hat{A} exp	I/Iteo	I/Iexp
10.4	10.48	100	100
6.36	7.612	20	40
4.46	4.742	20	40
4.14	4.284	18	40
2.58	2.595	10	20
2.50	2.495	12	20

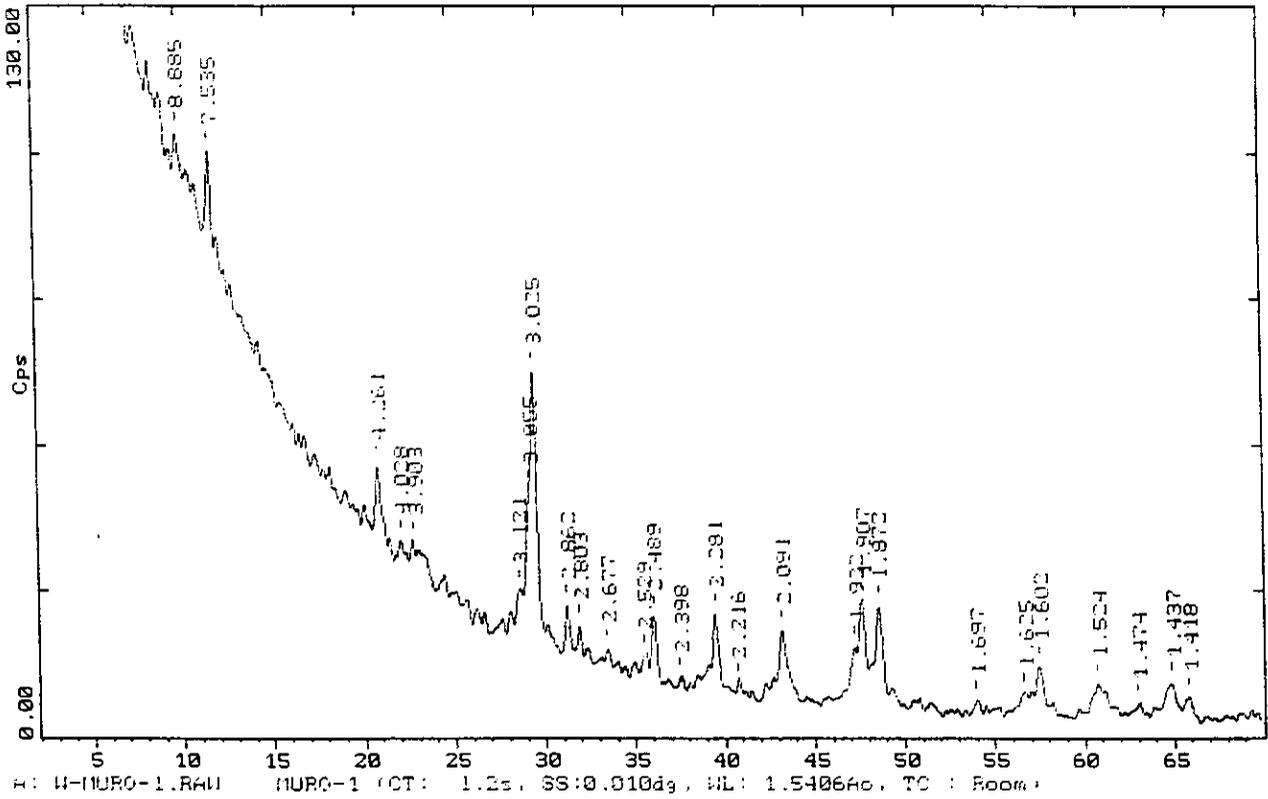


Figura 5.5 Difractograma del pigmento rojo con distancia interplanar experimental.

2-Theta - Scale

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES. 11-Mar-1998 15:53

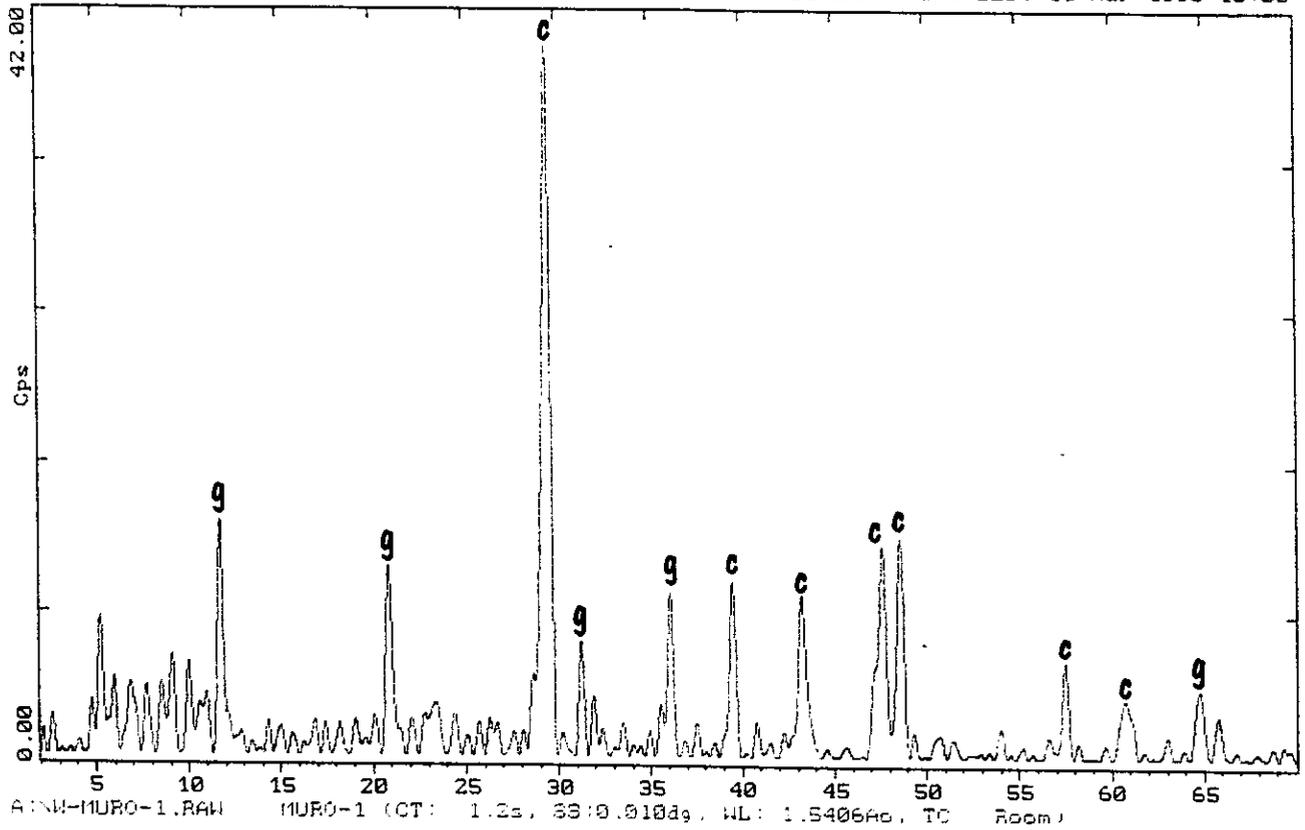


Figura 5.6 Difractograma del pigmento rojo.

(C-Calcita, g-Yeso)

Tabla 5.4 Análisis del difractograma del pigmento rojo comparando con tarjetas PDF.

*Ver Apéndice.
33-0311=Yeso.

dÅteo	dÅexp.	I/Iteo	I/Iexp.
7.63	7.535	100	89.5
4.283	4.261	100	72.9
3.799	3.903	17	18.7
3.065	3.055	75	100
2.873	2.862	45	45.8
2.495	2.489	11	18.7
1.899	1.907	16	35.4
1.879	1.872	12	43.7
1.620	1.625	9	10.4
1.439	1.437	5	12.5

5-0586=Calcita.

dÅteo	dÅexp.	I/Iteo	I/Iexp.
3.86	3.903	12	10.4
3.035	3.025	100	100
2.495	2.489	14	21.9
2.285	2.281	18	31.4
2.095	2.091	18	29.5
1.913	1.907	17	20.0
1.875	1.872	17	31.4
1.604	1.602	8	18.0
1.440	1.437	5	13.3
1.422	1.418	3	8.57

Z-Theta - Scale

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES. 18-Oct-1996 13:41

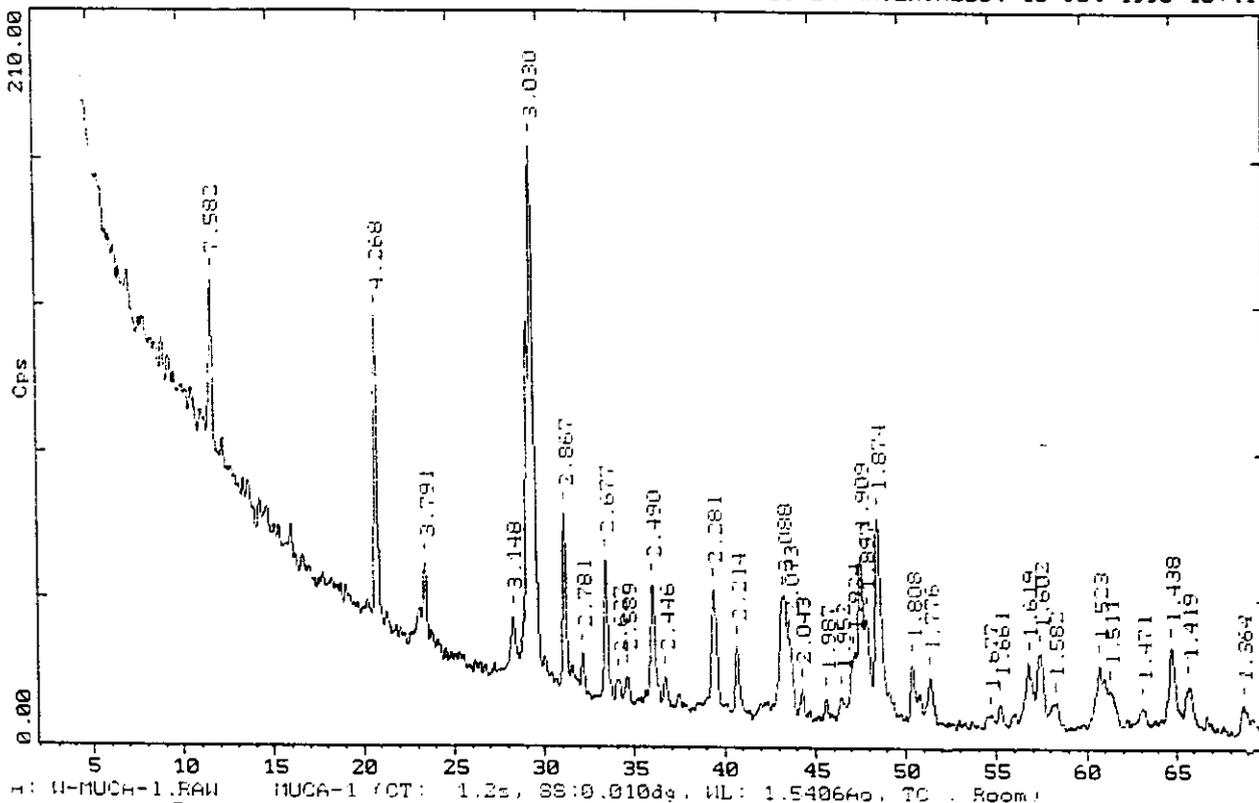


Figura 5.6 Difractograma del pigmento café con distancia interplanar experimental.

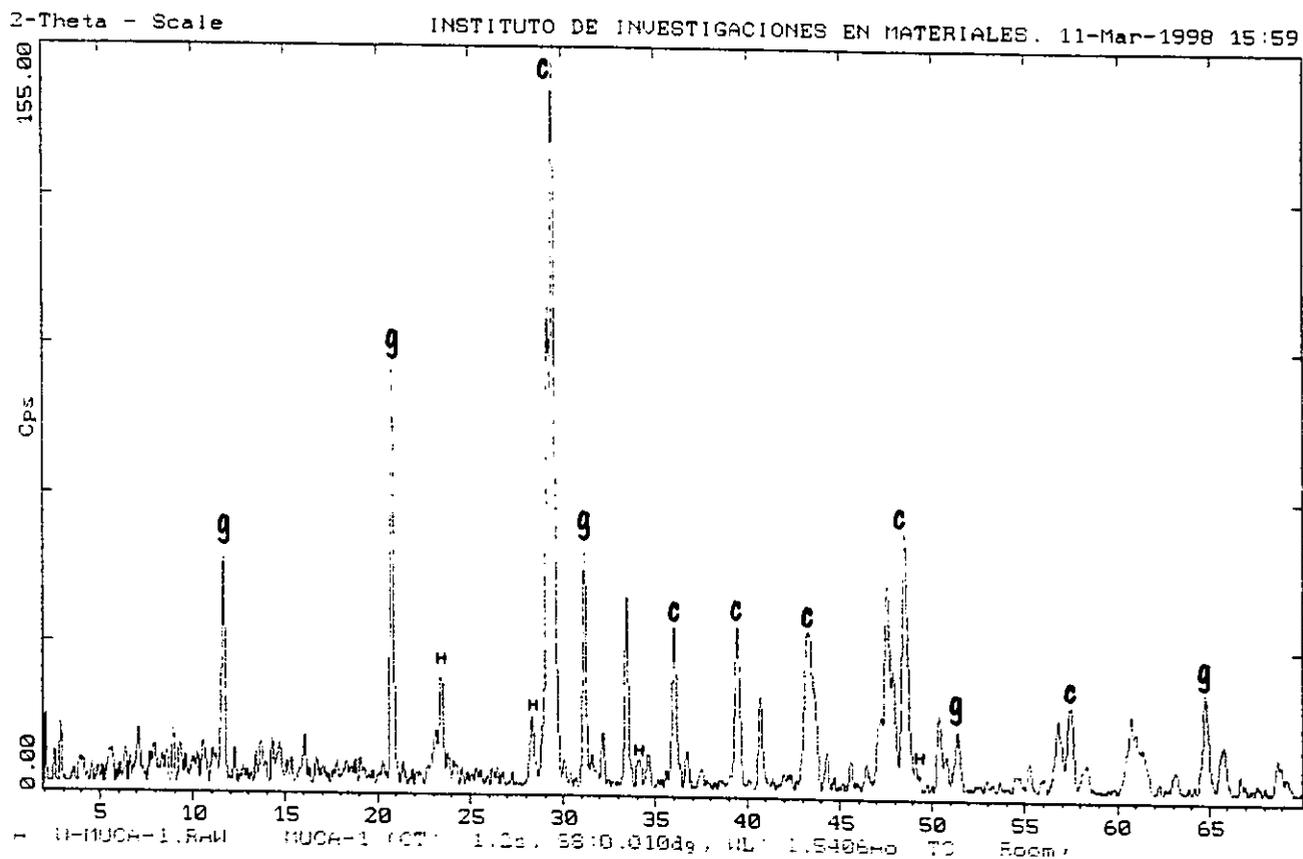


Figura 5.7 Difractograma del pigmento café.

(C-Calcita, H-Hanebachita, g-Yeso)

Tabla 5.5 Análisis del difractograma del pigmento café comparando con tarjetas PDF.

*Ver Apéndice.
5-0586=Calcita

dÅteo	dÅexp.	I/Iteo	I/Iexp.
3.86	3.791	12	17.4
3.035	3.030	100	100
2.495	2.490	14	15.9
2.285	2.281	18	23.4
2.095	2.088	18	22.7
1.913	1.909	17	12.8
1.875	1.874	17	19.6
1.604	1.602	8	12.8
1.525	1.523	5	7.5
1.440	1.438	5	7.5

33-0311=Yeso

dÅteo	dÅexp.	I/Iteo	I/Iexp.
7.63	7.582	100	50.0
4.283	4.268	100	87.5
3.799	3.791	17	25.0
3.065	3.030	75	100
2.873	2.867	45	51.1
2.685	2.677	35	29.5
2.219	2.214	15	9.09
2.086	2.088	25	31.8
2.074	2.073	15	19.3
1.899	1.897	16	9.09

39-0725=Hanebachita

dÅteo	dÅexp.	I/Iteo	I/Iexp.
3.157	3.148	100	100
2.973	2.867	10	26.3
2.6254	2.627	60	36.8
2.2048	2.214	11	21.0
1.9585	1.952	14	21.0
1.8511	1.874	25	31.5
1.8065	1.808	15	21.0
1.6760	1.677	9	15.7
1.5207	1.523	8	15.7

2-Theta - Scale

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES, 18-Oct-1996 13:32

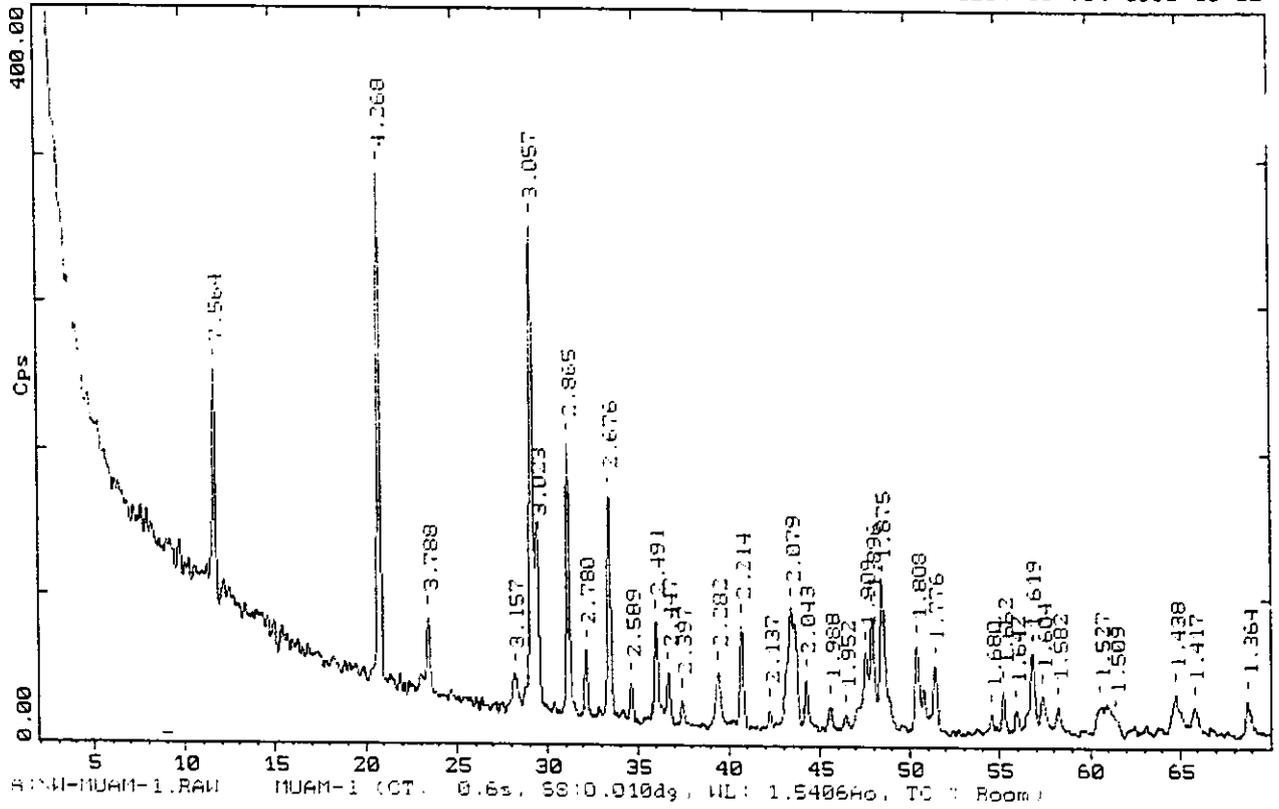


Figura 5.7 Difractograma del pigmento amarillo con distancia interplanar experimental.

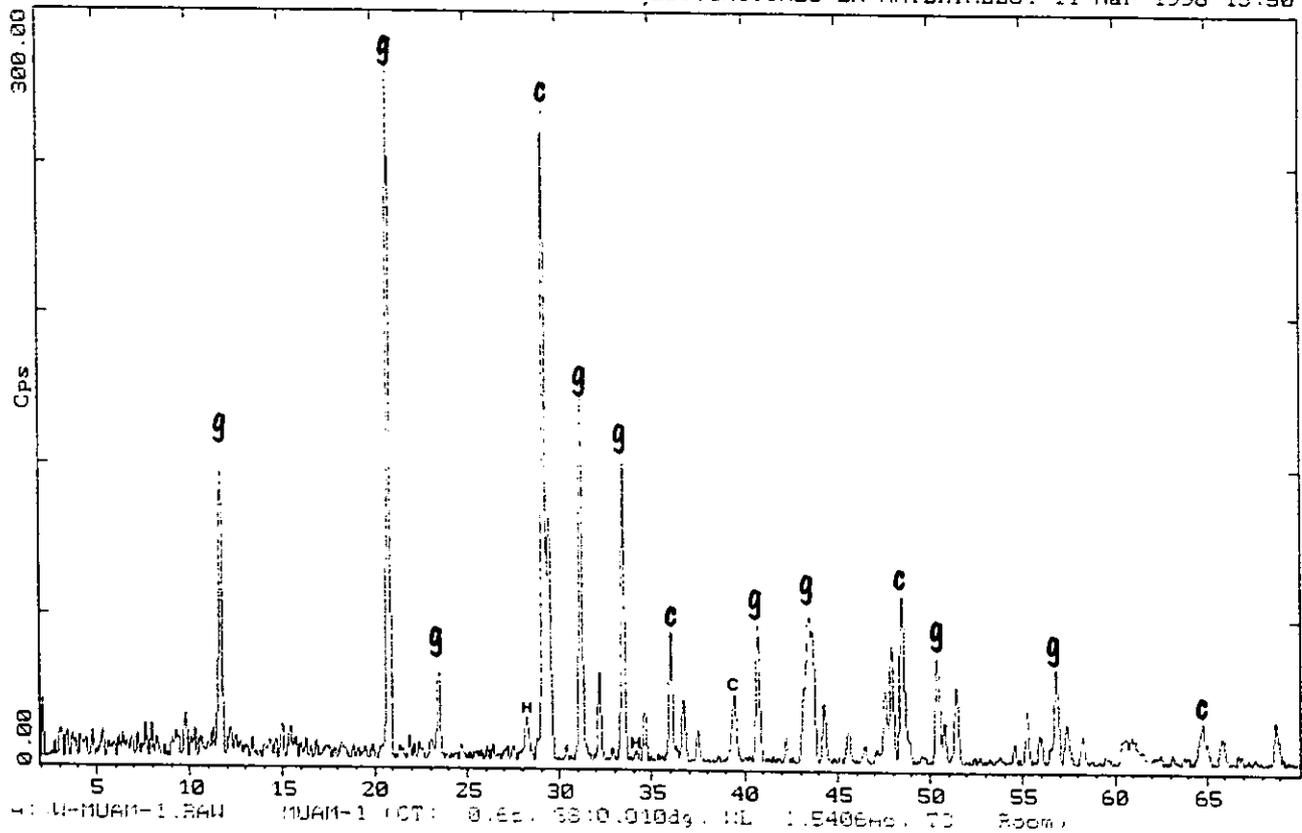


Figura 5.8 Difractograma del pigmento amarillo.

(C-Calcita, H-Hanebachita, g-Yeso)

**ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA**

Tabla 5.6 Análisis del difractograma del pigmento amarillo comparando tarjetas PDF.

*Ver Apéndice.
33-0311=Yeso.

dÅteo	dÅexp.	I/Iteo	I/Iexp.
7.63	7.564	100	45.6
4.283	4.268	100	100
3.799	3.788	17	15.2
3.065	3.057	75	94.4
2.875	2.865	45	53.6
2.789	2.78	10	13.6
2.685	2.676	35	44
2.597	2.589	6	8
2.495	2.491	11	20
2.452	2.447	6	10.4

5-0586=Calcita.

dÅteo	dÅexp.	I/Iteo	I/Iexp.
3.86	3.788	12	12.1
3.035	3.023	100	100
2.495	2.491	14	41.4
2.285	2.282	18	31.1
2.095	2.079	18	36.5
1.913	1.909	17	21.9
1.875	1.875	17	34.1
1.604	1.604	8	17.0
1.525	1.527	5	12.1
1.440	1.438	5	14.6

39-0725=Hanebachita.

dÅteo	dÅexp.	I/Iteo	I/Iexp.
3.157	3.157	100	100
2.6254	2.589	60	40
2.2048	2.214	11	20
1.9585	1.952	14	20
1.8511	1.875	25	30
1.8065	1.808	15	20
1.6760	1.680	9	10
1.6182	1.619	8	20
1.5207	1.527	8	20

5.4 ANÁLISIS DE RESULTADOS.

La técnica de Difracción de Rayos X nos permitió determinar las fases cristalinas presentes en las muestras.

Se obtuvieron difractogramas característicos para cada componente presente en las muestras.

Al hacer la comparación de distancias interplanares teóricas con distancias interplanares experimentales se determinó la presencia de Calcita, Yeso y Hanebachita en los difractogramas de los pigmentos Negro, Café y Amarillo.

En el difractograma del pigmento rojo se determinó la presencia de Yeso y Calcita.

En el difractograma del pigmento verde se determinó la presencia de un mayor número de compuestos como: Calcita, Yeso, Cuarzo, Anhidrita y Paligorskita.

Por último el difractograma del pigmento naranja nos determinó la presencia de Calcita, Basanita, Yeso, Glauberita e Hidroglauberita.

Tabla 5.7 Estructuras químicas presentes, determinadas con Difracción de Rayos X.

Estructuras Químicas presentes	Colores Presentes					
	Verde	Negro	Amarillo	Naranja	Café	Rojo
Calcita	X	X	X	X	X	X
Yeso	X	X	X	X	X	X
Hanebachita		X	X		X	
Cuarzo	X					
Anhidrita	X					
Paligorskita	X					
Basanita				X		
Glauberita				X		
Hidroglauberita				X		

CONCLUSIONES

De acuerdo con los resultados obtenidos en las diferentes técnicas utilizadas para el análisis de los pigmentos que conforman las pinturas murales, se concluye lo siguiente:

- a).- Por Microscopía Óptica se observó que un solo tipo de pigmento produce el color negro y el cual tiene una capa de pigmento con un espesor de 30 μm ; por Microanálisis a través de Microscopía Electrónica de Barrido se determinaron los elementos presentes así como el porcentaje en peso de los mismos y se identificó un contenido de Ca (15%), S (13%), Si (1%), además se observó que tiene placas sobrepuestas de 0.5 μm de ancho por 2 μm de largo; por Difracción de Rayos X se le detectó yeso y calcita que coincide con lo detectado por Espectroscopía Infrarroja con la cual se detectó la presencia de calcita, yeso y anortita.
- b).- El color café es producido por una mezcla de pigmento café con pigmento negro y se observó una superficie porosa esto, a través de Microscopía Óptica; por Microanálisis a través de Microscopía Electrónica de Barrido se identificó un contenido de Ca (24%), S (3%), Si (1%), también se observaron aglomerados de 0.7 μm de diámetro; por Difracción de Rayos X se le detectó: calcita, yeso y hanebachita lo anterior coincide con lo detectado por Espectroscopía Infrarroja como lo es calcita, yeso y anortita.
- c).- El color amarillo es producido por un solo tipo de pigmento y tiene una capa de pigmento sumamente fina esto se observó por Microscopía Óptica; por Microanálisis a través de Microscopía Electrónica de Barrido se identificó un contenido de Ca (24%), S (17%), además en esta muestra se observaron cristales característicos de calcita de 1 μm de diámetro; por Difracción de Rayos X se detectó la presencia de calcita, yeso y hanebachita donde se observa que algunos compuestos coinciden con lo detectado en Espectroscopía Infrarroja como lo es la calcita, yeso y anortita.
- d).- Por Microscopía Óptica observamos un estrato muy fino de pigmento rojo sobre el enlucido de cal y el color es producido por un solo tipo de pigmento; por Microanálisis a través de Microscopía Electrónica de Barrido se identificó un contenido de Ca (2%), S (1%), Mg (1%), Fe (3%), además se observó que tiene aglomerados de 0.4 μm de diámetro; por Difracción de Rayos X se detectó la presencia de yeso y calcita, lo que se confirma con los resultados obtenidos por la técnica de Espectroscopía de Infrarrojo con la cual se detectó: calcita, yeso y albita.
- e).- Para el color verde se pudo observar a través de Microscopía Óptica que la pintura tuvo un desplazamiento al interior del sustrato (enlucido); por Microanálisis a través de Microscopía Electrónica de Barrido se determinó la presencia de Ca (23%), S (17%), Si (2%), Al (1%), Mg (1%), además se observó que tiene placas alargadas de 0.5 μm de ancho por 2 μm de largo; por Difracción de Rayos X se determinó la presencia de un gran número de compuestos como: calcita, yeso, cuarzo, anhidrita y paligorskita algunos de estos compuestos también se determinaron por Espectroscopía Infrarroja como: calcita, yeso, cuarzo y anhidrita.

f).- Por Microscopía Óptica se observó que el color naranja lo produce una mezcla de pigmentos de color amarillo y naranja cubiertos por una capa cristalina, además de tener una capa de pigmento con un espesor de 60 μm ; por Microanálisis a través de Microscopía Electrónica de Barrido se identificó un contenido de Ca (9%), S (3%), Si (10%), Na (6%), además se observó que tiene aglomerados de 0.7 μm de diámetro; por Difracción de Rayos X se determinó la presencia de calcita, yeso, glauberita, hidroglauberita y basanita; a través de Espectroscopía Infrarroja se determinó la presencia de calcita, albita y anortita.

Cabe recalcar que el color verde es el único en el cual la pintura tuvo un desplazamiento al interior del enlucido y también no es de gran resistencia la capa de pintura comparada con los otros colores.

Por otra parte al llevarse a cabo la reacción química al ácido clorhídrico nos permitió detectar a través de la efervescencia que el enlucido está constituido por carbonato de calcio, por otra parte no se detectó ninguna sustancia orgánica que haya sido utilizada como aglutinante y el enlucido tiene cierto espesor que nos hace suponer que se trata de un enlucido destinado a permanecer húmedo el mayor tiempo posible, por lo tanto, el proceso de fijación del color pudo haberse basado en la carbonatación del hidróxido de calcio, o sea se puede decir que es una técnica de ejecución al fresco.

Por último este análisis me permitió conocer y dominar las diferentes técnicas físicas, utilizadas para llevar a cabo esta caracterización, es importante aclarar que se pueden proponer técnicas alternas tanto físicas como químicas, para determinar con precisión la estructura de los compuestos presentes en las muestras.

APÉNDICE

				d A	Int.	h k l		
CaCO ₃								
Calcium Carbonate				3.86	12	0	1	2
Calcite, syn				3.035	100	1	0	4
				2.845	3	0	0	6
				2.495	14	1	1	0
				2.285	18	1	1	3
Rad: CuK α	Lambda: 1.5405	Filter: Ni	d-sp:					
Cutoff:	Int: Diffractometer	I/Icon: 2.00		2.095	18	2	0	2
Ref: Swanson, Fuyat, Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, II 51 (1953)				1.927	5	0	2	4
				1.913	17	0	1	8
				1.875	17	1	1	6
				1.626	4	2	1	1
Sys: Rhombohedral (Hex)	S.G.: R-3c (167)							
a: 4.989	b:	c: 17.062	A:	C: 3.4199				
A:	B:	C:	Z: 6	mp:	1.604	8	1	2
Ref: Ibid.				1.587	2	1	0	10
				1.525	5	2	1	4
Dx: 2.71	Dm: 2.71	SS/FOM: F30=50(.016,97)		1.518	4	2	0	8
				1.510	3	1	1	9
ea: 1.487,	nwB: 1.659,	ey:	Sign: -	2V:				
Ref: Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., 2 142				1.473	2	1	2	5
				1.440	5	3	0	0
				1.422	3	0	0	12
Color: Colorless				1.356	1	2	1	7
X-ray pattern at 26 C. Sample from Mallinckrodt Chemical Works. CAS no.: 13397-26-7. Spectroscopic analysis: <0.1% Sr; <0.01% Ba; <0.001% Al, B, Cs, Cu, K, Mg, Na, Si, Sn; <0.0001% Ag, Cr, Fe, Li, Mn. Merck Index, 8th Ed., p. 190. Other form: aragonite. Calcite group, calcite subgroup.				1.339	2	0	2	10
*Not permitted by space group.				1.297	2	1	2	8
PSC: hR10. Mwt: 100.09. Volume[CD]: 367.78.				1.284	1	3	0	6
				1.247	1	2	2	0
				1.235	2	1	1	12
				1.1795	3	2	1	10

d A	Int.	h k l	d A	Int.	h k l	d A	Int.	h k l
1.1538	3	1 3 4	0.9846	1	2 3 2			
1.1425	1	2 2 6	0.9782	1	{ 1 3 10}			
1.1244	<1	1 2 11	0.9767	3	1 2 14			
1.0613	1	2 0 14	0.9655	2	3 2 4			
1.0473	3	4 0 4	0.9636	4	4 0 8*			
1.0447	4	3 1 8	0.9562	<1	2 0 16*			
1.0352	2	1 0 16	0.9429	2	4 1 0			
1.0234	<1	2 1 13	0.9376	2	2 2 12			
1.0118	2	3 0 12						
0.9895	<1	3 2 1						

Strong lines: 3.04/X 2.29/2 2.10/2 1.91/2 1.88/2 2.50/1 3.86/1 1.60/1

		d A	Int.	h k l
CaSO 10.5H ₂ O 3 2				
Calcium Sulfite Hydrate		5.56	46	0 1 1
Hannebachite, syn		5.34	16	0 2 0
		4.832	6	1 1 1
		3.801	22	1 2 1
		3.251	4	0 0 2
Rad: CuK α Lambda: 1.54178 Filter: Mono. d-sp: Diff.				
Cutoff: 15.0 Int: Diffractometer I/ICor:		3.157	100	2 2 1
Ref: Johansen, D., Schulz, D., McCarthy, G., North Dakota State University, Fargo, ND, USA, JCPDS Grant-in-Aid Report, (1988)		3.086	9	1 0 2
		2.973	10	1 3 1
		2.965	9	1 1 2
		2.879	8	2 3 0
Sys: Orthorhombic S.G.: Pnma (62)				
a: 9.8199(12) b: 10.666(1) c: 6.5021(3) A: 0.9207 C: 0.6096				
A: B: C: Z: 8 mp: 250 C		2.820	17	3 1 1
Ref: Scheib, R. et al., J. Appl. Crystallogr., 7 447 (1974)		2.6664	11	0 4 0
		2.6254	60	2 1 2
Dx: 2.52 Dm: SS/FOM: F30=33(.010,94)		2.4545	10	4 0 0
		2.2459	8	4 1 1
ea: nb: ey: Sign: 2V:				
Ref:		2.2299	4	4 2 0
		2.2048	11	2 4 1
		2.1560	8	2 3 2
Color: White		2.1241	10	0 1 3
Peak height intensities. Sample precipitated from CaCl ₂ and NaSO ₃ solutions.		2.0619	10	0 4 2
Average relative standard deviation in intensity of the ten strongest reflections for three specimen mounts = 2%. Sample crystallinity poor. Cell parameters refined from cell data given by R. Scheib: orthorhombic, a=9.808, b=10.676, c=6.496, S.G.=Pnma, Z=8. Silicon used as internal standard. PSC: oP52. To replace 4-588 and 26-1074. Mwt: 129.15. Volume[CO]: 681.02.		1.9585	14	2 5 0
		1.9290	5	4 3 1
		1.8511	25	5 1 1, 0 3 3
		1.8186	4	1 3 3
		1.8065	15	3 0 3, 4 4 0

d A	Int.	h k l	d A	Int.	h k l	d A	Int.	h k l
1.7731	4	5 2 1	1.5858	2	1 1 4	1.4836	2	0 7 1
1.7445	3	3 4 2	1.5787	1	4 4 2	1.4777	5	4 3 3
1.6760	9	2 5 2	1.5597	2	0 6 2	1.4555	2	3 0 4, 5 0 3
1.6182	8	2 6 1, 6 1 0	1.5273	3	2 1 4	1.4489	4	6 3 1, 6 1 2
1.6063	4	4 1 3	1.5207	8	6 2 1, 0 5 3	1.4156	2	2 3 4

Strong lines: 3.16/X 2.63/6 5.56/5 1.85/3 3.80/2 2.82/2 5.34/2 1.81/2

		d A	Int.	h k l		
CaSO (0.5H ₂ O)						
4 2						
Calcium Sulfate Hydrate		6.0	70		1 0 1	
		4.36	4	2 2 0,	1 2 1	
		4.283	2	2 1 1		
Bassanite, syn		3.989	1	1 3 0		
		3.826	1	3 1 0		
Rad: CuK α Lambda: 1.540598 Filter: Mono. d-sp: Diff.						
Cutoff: Int: Diffractometer 1/ICor:		3.613	1	0 3 1		
Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 1B 22 (1981)		3.469	55	3 0 1,	0 0 2	
		3.225	1	1 1 2		
		3.042	15	0 2 2		
Sys: Orthorhombic S.G.: I***		3.006	100	4 0 0,	2 0 2	
a: 12.031(4) b: 12.695(6) c: 6.934(2) A: 0.9477 C: 0.5462						
A: B: C: Z: 12 mp:		2.807	85	2 4 0,	1 4 1	
Ref: Ibid.		2.717	8	4 2 0,	2 2 2	
		2.617	<1	1 3 2		
Dx: 2.73 Dm: 2.70 SS/FOM: F30=17(.018,99)		2.570	<1	3 1 2		
		2.343	6	3 4 1,	0 4 2	
ea: n _w : 1.558, ey: 1.586 Sign: 2v:						
Ref: Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., 2 476 (1951)		2.273	5	5 0 1,	4 0 2	
		2.229	2	3 3 2		
		2.184	4	4 4 0,	2 4 2	
Color: Colorless		2.139	20	5 2 1,	4 2 2	
CAS no.: 10034-76-1. Sample prepared by adding H ₂ SO ₄ to an aqueous solution		2.117	8	0 6 0		
of Ca(NO ₃) ₂ to form CaSO ₄ ·2H ₂ O; the wet fresh material was mixed with						
concentrated HNO ₃ , heated at 80 C and held there for several days, bottled		2.028	<1	0 3 3		
while still moist, and dried in air at room temperature just before		2.004	2	6 0 0		
measurements were made. The unit cell was modified from that given by Gay, P.,		1.954	1	5 1 2		
Mineral. Mag., 35:354 (1965) who stated that the true symmetry was		1.909	8	3 2 3		
monoclinic with beta= \neq 90 deg.. Silicon used as internal standard. PSC: 0190.		1.847	55	4 4 2,	1 4 3	
To replace 24-1067 and 24-1068. Mwt: 145.15. Volume[CD]: 1059.05.						

d A	Int.	h k l		d A	Int.	h k l		d A	Int.	h k l	
1.736	6	6	0 2	1.5495	1	5	6 1	1.4618	<1	4	2 4
1.6947	14	6	4 0,	1.5348	1	6	5 1,				
1.6674	9	7	0 1,	1.5213	1		0 4 4				
1.6123	1	5	2 3,	1.5035	<1	6	1 3,				
1.5789	<1	3	1 4	1.4753	3	5	4 3,				

Strong lines: 3.01/4 2.81/9 6.00/7 3.47/6 1.85/6 2.14/2 3.04/2 1.69/1

		d A	Int.	h k l
Na ₂ Ca(SO ₄) ₂				
Sodium Calcium Sulfate		6.214	20	-1 1 0
Glauberite, syn		4.689	18	2 0 0
		4.361	45	1 1 1
		4.148	12	0 2 0
		3.945	45	0 0 2
Rad: CuKα1	Lambda: 1.5405	Filter: Mono.	d-sp:	
Cutoff:	Int: Diffractometer	I/Icor: 0.80		
Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 6 59 (1968)		3.792	18	-1 1 2
		3.175	75	-2 2 1
		3.126	100	-3 1 1
		3.110	80	-2 2 0
		3.008	35	1 1 2
Sys: Monoclinic	S.G.: C2/c (15)			
a: 10.134	b: 8.297	c: 8.532	A: 1.2214	C: 1.0283
A:	B: 112.1	C:	Z: 4	mp:
Ref: Ibid.		2.926	16	-3 1 0
		2.861	50	0 2 2
		2.808	65	-2 2 2
		2.677	60	-1 1 3
		2.579	2	2 0 2
Dx: 2.78	Dm:	SS/FOM: F90=32(.020,47)		
ea: 1.511,	nwB: 1.530,	ey: 1.532,	Sign: -,	2V: Small
Ref: Ibid.		2.475	25	3 1 1
		2.466	12	-4 0 2
		2.435	8	1 3 1
		2.346	20	4 0 0
		2.319	4	-1 3 2
Color: Colorless		2.223	2	0 2 3
CAS no.: 13767-89-0. Crystallized from aqueous solutions of Na ₂ SO ₄ and CaCl ₂ at 80 C. Major impurities (spectroscopic analysis): 0.001-0.01% each: Al, Cu, Fe, Ni and Si. 0.01-0.1% each: Sr. Gypsum was intermediate product. Tungsten used as internal standard. PSC: mC52. To replace 2-556. Plus 21 reflections to 1.068. Mwt: 278.17. Volume[CD]: 664.68.		2.191	8	2 2 2
		2.140	14	-3 3 1
		2.122	8	-4 2 2
		2.102	6	1 3 2

d A	Int.	h k l	d A	Int.	h k l	d A	Int.	h k l
2.074	16	0 4 0	1.6111	10	4 2 2	1.3364	4	-5 3 5
2.036	20	-1 1 4	1.5793	2	1 5 1	1.3318	8	-2 6 1
2.006	40	0 4 1	1.5632	8	-6 2 2	1.3248	<2	-5 1 6
1.997	20	-3 1 4	1.5530	2	-5 3 0	1.3161	4	-2 4 5
1.975	60	0 0 4	1.5296	4	-6 2 3	1.3123	2	5 3 2
1.958	14	-5 1 2	1.5140	2	-4 4 3	1.3014	6	3 5 2
1.908	14	-4 0 4	1.5047	2	2 2 4	1.2975	6	6 0 2
1.897	8	2 4 0	1.4865	2	-2 4 4	1.2952	2	-6 4 1
1.858	4	-5 1 3	1.4767	2	0 2 5	1.2814	2	-5 5 2
1.836	10	0 4 2	1.4662	2	-3 5 0	1.2796	4	3 3 4
1.830	10	5 1 0	1.4607	2	-3 5 2	1.2752	4	2 4 4
1.799	12	2 2 3	1.4421	10	5 3 1	1.2741	4	-7 1 5
1.777	20	1 3 3	1.4389	8	2 4 3	1.2641	<2	-3 3 6
1.747	4	4 0 2	1.4310	6	0 4 4	1.2547	2	0 2 6
1.688	4	-6 0 2	1.4265	8	-1 3 5			
1.671	6	3 3 2	1.4142	4	-2 0 6			
1.656	4	-3 1 5	1.4048	2	-4 4 4			
1.6316	12	-1 1 5	1.3975	<2	3 5 1			
1.6231	14	-5 3 1	1.3830	<2	0 6 0			
1.6150	10	2 0 4	1.3583	2	-7 1 4			

Strong lines: 3.13/K 3.11/B 3.18/B 2.81/7 2.68/6 1.98/6 2.86/5 4.38/5

						d A	Int.	h k l
Na Ca (SO) 16H 0								
10 3 4 8 2								
Sodium Calcium Sulfate Hydrate						9.2	90	
Hydroglauberite						8.15	10	
						7.70	10	
						6.27	20	
						5.50	40	
Rad:	Lambda:	Filter:	d-sp:					
Cutoff:	Int:	I/Icor:				5.00	20	
Ref: Slyusareva, Zap. Vses. Mineral Obschch., 98 59 (1969); Am. Mineral., 55 321 (1970)						4.60	80	
						4.20	60	
						3.83	50	
						3.52	60	
Sys:	S.G.:							
a:	b:	c:	A:	C:				
A:	B:	C:	Z:	mp:		3.08	100	
Ref:						2.90	70	
						2.78	90b	
Dx:	Om: 1.51	SS/FOM:				2.64	20	
						2.25	60	
ea: 1.480,	nwB:	ey: 1.500,	Sign: -	2V:				
Ref: Ibid.						2.17	40	
						2.00	50	
						1.961	10	
Color: White						1.879	50	
0 assigned because of unfiltered radiation and unindexed data, line 4.60 is partially due to beta for d=4.2. (Ed.) Specimen from salt deposits of Karakaipaki ASSR., occurs with glauberite. Analysis (wt.%): SO ₃ 52.16, Cl 0.58, Na ₂ O 25.40, K ₂ O 0.19, CaO 13.59, MgO-, H ₂ O 8.20. Author suggested the system to be orthorhombic. beta lines not included. Mwt: 1226.69.						1.798	40	
						1.735	40	
						1.677	50	
						1.528	30	
						1.496	30	
						1.455	40	

d A	Int.	h k l	d A	Int.	h k l	d A	Int.	h k l
1.382	30		1.090	10				
1.366	30		1.078	40				
1.321	20		1.066	20				
1.264	20		1.039	10				
1.248	10		1.027	20				
1.181	10		0.999	30				
1.155	20		0.975	30				
1.147	20		0.965	30				
1.134	20		0.955	20				
1.119	20		0.944	30				

Strong lines: 3.08/X 9.20/9 2.78/9 4.60/8 2.90/7 4.20/6 3.52/6 2.25/6

				d A	Int.	h k l
SiO ₂						
Silicon Oxide				4.257	22	1 0 0
Quartz, syn				3.342	100	1 0 1
				2.457	8	1 1 0
				2.282	8	1 0 2
				2.237	4	1 1 1
Rad: CuKα Lambda: 1.540598 Filter: Mono. d-sp: Diff.						
Cutoff: Int: Diffractometer I/I ₀ : 3.6				2.127	6	2 0 0
Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 18 61 (1981)				1.9792	4	2 0 1
				1.8179	14	1 1 2
				1.8021	<1	0 0 3
Sys: Hexagonal S.G.: P3221 (154)				1.6719	4	2 0 2
a: 4.9133(2) b: c: 5.4053(4) A: C: 1.1001						
A: B: C: Z: 3 mp:				1.6591	2	1 0 3
Ref: Ibid.				1.6082	<1	2 1 0
Dx: 2.65 Dm: 2.66 SS/FOM: F30=77(.013,31)				1.5418	9	2 1 1
				1.4536	1	1 1 3
				1.4189	<1	3 0 0
ea: n _w B: 1.544, ey: 1.553, Sign: + 2V:						
Ref: Swanson, Fuyat, Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, 3 24 (1954)				1.3820	6	2 1 2
				1.3752	7	2 0 3
				1.3718	8	3 0 1
Color: Colorless				1.2880	2	1 0 4
Pattern at 25 C. Sample from the Glass Section at NBS, Gaithersburg, Maryland, USA, ground single-crystals of optical quality. Pattern reviewed by J. Holzer and G. McCarthy, North Dakota State University, Fargo, North Dakota, USA, JCPDS Grant-in-Aid Report (1990). Agrees well with experimental and calculated patterns. O2Si type. Quartz group. Also called: silica. Silicon used as internal standard. PSC: hP9. To replace 5-490. Plus 6 reflections to 0.9689. Mwt: 60.08. Volume[CD]: 113.00.				1.2558	2	3 0 2
				1.2285	1	2 2 0
				1.1999	2	2 1 3
				1.1978	1	2 2 1
				1.1843	3	1 1 4
				1.1804	3	3 1 0

d A	Int.	h k l	d A	Int.	h k l	d A	Int.	h k l
1.1532	1	3 1 1	1.0476	1	1 0 5	0.9873	1	3 1 3
1.1405	<1	2 0 4	1.0438	<1	4 0 1	0.9783	<1	3 0 4
1.1143	<1	3 0 3	1.0347	<1	2 1 4	0.9762	1	3 2 0
1.0813	2	3 1 2	1.0150	1	2 2 3	0.9636	<1	2 0 5
1.0635	<1	4 0 0	0.9898	1	4 0 2			

Strong lines: 3.34/1 4.26/2 1.82/1 1.54/1 2.46/1 2.28/1 1.37/1 1.38/1

				d A	Int.	h k l		
CaSO ₄								
4								
Calcium Sulfate				3.879	5	1	1	1
Anhydrite, syn				3.499	100	0	2	0
				3.121	2	0	0	2
				2.849	29	0	1	2
				2.797	3	1	2	1
Rad: CuKα1 Lambda: 1.540598 Filter: Mono. d-sp: Diff.								
Cutoff: 17.7 Int: Diffractometer I/Icor:				2.4735	7	2	2	0
Ref: McMurdie, H. et al., Powder Diffraction, 1 267 (1986)				2.3282	20	2	0	2
				2.2090	20	2	1	2
				2.1836	8	3	0	1
				2.0865	8	1	3	1
Sys: Orthorhombic S.G.: <i>Bmmb</i> (63)								
a: 6.9933(4) b: 7.0017(5) c: 6.2411(5) A: 0.9988 C: 0.8914								
A: B: C: Z: 4 mp:				1.9940	4	1	0	3
Ref: Ibid.				1.9388	3	2	2	2
				1.9175	<1	1	1	3
Dx: 2.96 Dm: SS/FDM: F30=99(.007,46)				1.8692	16	0	3	2
				1.8527	3	3	2	1
ea: nwB: ey: Sign: 2V:								
Ref:				1.7500	11	0	4	0
				1.7481	10	4	0	0
				1.7325	<1	1	2	3
Color: Colorless				1.6483	15	2	3	2
Peak height intensities. The mean temperature of data collection was 25.8 deg. CAS no.: 7778-18-9. The sample was prepared by adding an aqueous solution of K ₂ SO ₄ to one of CaCl ₂ . The resultant precipitate was washed and then heated to 700 deg. for 5 hours. References to other early patterns and structures will be found in Swanson et al. (2). $\sigma(\text{Iobs}) = \pm 1$. This form is called "insoluble anhydrite" to distinguish it from the tetragonal "soluble anhydrite" form. The definitive structure of CaSO ₄ was determined by Hohne (1). CaSO ₄ type. Silicon used as internal standard. PSC: 0C24. To replace 6-226, Swanson et al. (2) Bushuev et al. (3). Structure reference: 1. Hohne, E., Monatsber. Deut. Akad. Wiss. Berlin, 4 72 (1962). Additional powder				1.5944	2	3	3	1
				1.5647	4	2	4	0
				1.5252	3	4	0	2
				1.5158	1	1	3	3
				1.4905	5	4	1	2
				1.4250	2	0	2	4

d A	Int.	h k l	d A	Int.	h k l	d A	Int.	h k l
1.4188	1	3 2 3	1.1783	1	5 3 1			
1.3988	3	2 4 2	1.1669	4	0 6 0			
1.3961	3	2 1 4	1.1654	5	6 0 0			
1.3659	<1	3 4 1	1.1640	5	4 0 4			
1.3197	4	2 2 4	1.1499	1	4 4 2			
1.2971	1	0 3 4	1.1485	1	4 1 4			
1.2771	6	4 3 2	1.1452	<1	5 1 3			
1.2371	1	4 4 0	1.1058	7	6 2 0			
1.2162	3	2 3 4						
1.2000	2	2 5 2						

Strong lines: 3.50/X 2.85/3 2.33/2 2.21/2 1.87/2 1.65/2 1.75/1 2.18/1

	d Å	Int.	h k l
(Mg,Al) (Si,Al) O (OH) 10H O 5 8 20 2 2			
Magnesium Aluminum Silicate Hydroxide Hydrate	10.4	100	1 1 0
	6.36	20	2 0 0
Palygorskite	5.38	16	-1 3 0
	4.46	20	0 4 0
	4.36	4	-1 2 1
Rad: CuKα Lambda: 1.5418 Filter: Ni d-sp:			
Cutoff: Int: Diffractometer I/Icor:	4.14	18	1 2 1
Ref: Christ, Hathaway, Hostetler, Shepard, Am. Mineral., 54 198 (1969)	3.65	10	2 4 0
	3.44	4	1 5 0
	3.23	14	2 3 1
	3.18	18	4 0 0
Sys: Monoclinic S.G.: Pn (7)			
a: 12.78 b: 17.83 c: 5.24 A: 0.7168 C: 0.2939			
A: B: 95.77 C: Z: 2 mp:	2.609	6	0 0 2
Ref: Ibid.	2.585	10	4 4 0
	2.555	10	-1 6 1
Dx: 2.40 Dm: SS/FOM: F14-9(.020,81)	2.506	12	1 6 1
ea: nwB: 1.520, ey: Sign: -, 2V: -15 deg.			
Ref: Stephen, I., Mineral. Mag., 30 471 (1954)			
Color: White, grayish white			
Specimen from Metaline, Washington, USA. Primitive lattice, apparent n glide on (001). Optical data specimen from Moss Hill, South Mainland, Shetland Isles, Scotland. Sepiolite group, palygorskite subgroup. PSC: mP122. To replace 5-99. Volume[CO]: 1187.98.			

Strong lines: 10.4/X 6.36/2 4.46/2 4.14/2 3.18/2 5.38/2 3.23/1 2.51/1

				d Å	Int.	h k l
CaSO 12H 0 4 2				7.63	100	0 2 0
Calcium Sulfate Hydrate				4.283	100	0 2 1
Gypsum, syn				3.799	17	0 4 0, 1 3 0
				3.172	4	1 1 1
				3.065	75	0 4 1
Rad: CuKα1	Lambda: 1.540598	Filter: Mono.	d-sp: Diff.	2.873	45	-2 2 1
Cutoff:	Int: Diffractometer	I/Icor: 1.83		2.789	10	-1 1 2
Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 17 16 (1980)				2.732	2	1 3 1
				2.685	35	1 5 0, 2 2 0
Sys: Monoclinic S.G.: C2/c (15)				2.597	6	-1 5 1
a: 6.2845(11)	b: 15.2079(15)	c: 5.6776(7)	A: 0.4132 C: 0.3733	2.534	2	0 6 0
A:	B: 114.09(1)	C:	Z: 4 mp:	2.495	11	-2 0 2
Ref: Ibid.				2.476	1	-1 3 2
Dx: 2.31	Dm: 2.32	SS/FOM: F30=51(.012,49)		2.452	6	0 2 2
				2.406	4	-2 4 1
ea: 1.521, nwB: 1.523, ey: 1.530, Sign: +, 2V: 58 deg.				2.291	<1	2 4 0
Ref: winchell, A., Elements of Optical Mineralogy, 2 157 (1951)				2.219	15	1 5 1
				2.142	2	0 4 2
Color: Colorless				2.086	25	-2 4 2
Pattern at 25 C. Sample prepared by adding H2SO4 to a Ca(NO3)2 solution; the precipitate was filtered out, washed in water and bottled while moist; the crystals were dried immediately before use with care taken to prevent dehydration. Preferred orientation enhances 0k0 reflections. Gypsum group, gypsum subgroup. Silicon used as internal standard. PSC: mC48. To replace 6-46, and validated by calculated pattern 36-432. Mwt: 172.17.				2.074	15	-1 5 2, -3 1 1
Volume[CD]: 495.37.				2.048	6	1 1 2
				2.032	<1	1 7 0
				1.992	4	-1 7 1
				1.963	3	-2 6 1
				1.8990	16	0 8 0, 2 6 0

d Å	Int.	h k l	d Å	Int.	h k l	d Å	Int.	h k l
1.8795	12	2 4 1	1.5119	1	-2 8 2	1.2722	<1	1 11 1
1.8650	3	-1 1 3	1.4982	<1	1 9 1	1.2674	<1	0 12 0
1.8118	13	0 6 2	1.4947	<1	-2 6 3	1.2481	3	4 6 0, -4 0 4
1.7995	6	-2 2 3	1.4591	3	-3 7 2, 0 10 1	1.2441	7	2 10 1
1.7844	9	0 8 1	1.4392	5	-4 4 1	1.2336	3	2 8 2
1.7785	12	-2 6 2	1.4354	3	3 7 0	1.2309	2	-4 2 4, 0 12 1
1.7093	1	1 5 2	1.4278	2	2 8 1, 0 6 3			
1.6846	3	0 2 3	1.4178	3	-2 0 4			
1.6640	6	-2 4 3	1.4015	2	-4 2 3			
1.6456	4	2 6 1	1.3657	5	2 6 2, -2 10 1			
1.6209	9	-2 8 1, 1 9 0	1.3440	1	1 11 0, 2 10 0			
1.6035	1	-1 9 1	1.3324	2	-1 11 1			
1.5846	4	2 8 0	1.3262	4	-2 8 3			
1.5327	2	0 8 2	1.3234	4	-4 6 2			
1.5209	1	0 10 0, -4 2 2	1.2785	1	0 8 3			

Strong lines: 7.63/X 4.28/X 3.07/8 2.87/5 2.69/4 2.09/3 3.80/2 1.90/2

°BIBLIOGRAFÍA.

- 1.- Reyes Valerio Constantino.
El Pintor de los Conventos: Los Murales del Siglo XVI en la Nueva España.
México. INAH. 1989.
- 2.- Reyes Valerio Constantino, Toussaint Manuel.
Arte Indocristiano.
Arqueología Mexicana, Pintura Mural.
Noviembre-Diciembre 1995.
- 3.- Reyes Valerio Constantino.
Arte Indocristiano.
México. SEP. 1978.
- 4.- Artigas Hernández, Juan Benito.
La Piel de la Arquitectura: Murales de Santa María Xoxoteco.
UNAM. Escuela Nacional de Arquitectura. 1979. Aspectos de Ciencia de
- 5.- Tesis: Metodología para el análisis de técnica pictórica mural prehispánica
El Templo Rojo de Cacaxtla.
Escuela Nacional de Conservación, Restauración y Museografía. 1990.
Magaloni Kerpel Diana Isabel.
- 6.- Paul Rado
Introducción a la tecnología de la ceramica
Editorial Omega. Barcelona 1990.
- 7.- Tesis: Aguado Guasco Felipe.
La Microscopía en Minerales.
Instituto Politécnico Nacional. 1972.
- 8.- Malacara Daniel.
Óptica Básica.
Primera Edición. 1989.
Secretaría de Educación Pública.
Fondo de Cultura Económica.
- 9.- Casartelli, J. D.
Microscopía Teórico-Práctica.
Primera Edición. 1974.
- 10.- Tesis: Lidia Ortiz Velázquez.
Estudio Microestructural y Químico de Pinturas sobre Estucos de la Región de
Xochicalco.
Facultad de Química. 1995.

- 11.- Tesis: Margarita Ortiz Rojas.
Análisis Estructural de Materiales de Construcción Prehispánica.
Facultad de Química. 1996.
- 12.- Goldstein-Newbury-Echlin-Joy.
Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis.
Second Edition 1992.
- 13.- Willard-Merritt-Dean-Settle.
Métodos Instrumentales de Análisis.
Editorial Iberoamericana. 1991.
- 14.- Conley, R. T.
Espectroscopía Infrarroja.
Editorial Alhambra.
Madrid. 1979.
- 15.- Douglas A. Skoog-Donal M. West.
Principles of Instrumental Analysis.
Second Edition 1971.
- 16.- María Asunción Castellanos Román.
Difracción de Rayos X: Método de Polvos.
Química Inorgánica VI. Cuadernos de Posgrado 29.
- 17.- Van der Marel, H. W.
Atlas of Infrared Spectroscopy of Clay.
Minerals and their Mixtures.
Elsevier Scientific Publishing.