



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

TESIS

**CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DE MUESTRAS DE CERÁMICAS
ARQUEOLÓGICAS DEL TEMPLO DE QUETZACOATL USANDO
ESPECTROSCOPIA DE EMISIÓN ATÓMICA CON PLASMA
ACOPLADO INDUCTIVAMENTE ICP-OES**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO METAÚRGICO**

PRESENTA

IROEL QUINTANA ESTRADA

CIUDAD UNIVERSITARIA, CDMX

2017





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: Dr. Francisco Rojo Callejas
VOCAL: Dr. José Federico Del Rio Portilla
SECRETARIO: Dr. Ciro Eliseo Márquez Herrera
1er SUPLENTE: Dr. José Martin Enrique Carreto Cortes
2do SUPLENTE: Dr. Carolina Flores Ávila

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA

LABORATORIOS 208 Y 209 DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA METALÚRGICA, EDIFICIO D DE LA FACULTAD DE QUÍMICA, UNAM E INSTITUTO DE GEOLOGÍA

ASESOR DEL TEMA:

Dr. CIRO ELISEO MÁRQUEZ HERRERA

SUSTENTANTE(S):

Iroel Quintana Estrada

Agradecimientos

Al Instituto Nacional de Antropología e Historia (INANH), y al arqueólogo Alejandro Sarabia director del proyecto. "Pirámide del sol" Temporada 2015; encargado de proporcionar una colección de cerámicos antiguos, para realizar una caracterización química pertenecientes a la etapa temprana de la zona arqueológica de Teotihuacan en el estado de México.

Al instituto de Geología en especial a la QFB Fabiola Vega por prestarnos sus instalaciones para la realización de dicho trabajo.

Indicé

1- Introducción	5
2- Hipótesis	7
3- Objetivos	7
4- Antecedentes	8
4.1- Perspectiva de la cultura Teotihuacana.....	8
4.1.2- Arcilla.....	11
4.1.3- Felpespantos.....	11
4.2- Espectrometría de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES).....	14
4.2.1- Plasma.....	14
4.2.2- Espectrómetro (ICP-OES).....	14
4.2.3- Fundamentos (ICP-OES).....	16
4.2.4- Nebulización.....	17
4.2.5- Sistema óptico.....	18
4.2.6- Sistema de detección.....	18
4.2.7- Interferencias.....	20
4.2.8- Espectros ópticos.....	21
4.3- Método de fluorescencia de rayos X.....	21
4.4- Método de difracción de rayos X.....	22
4.5- Ley de Bragg.....	25
5- Desarrollo experimental	26
5.1- Material, equipo y reactivos de laboratorio.....	26
5.2- Muestras trabajadas.....	28
5.2.1- Desmuestra.....	28
5.3- Digestión vía húmeda.....	28
5.4- Estándares de calibración.....	31
5.5- Análisis químico.....	34
5.5.1- Optimización.....	34
5.5.1.1- Velocidad de la bomba.....	35
5.5.1.2- Flujo de nebulización.....	35
5.5.1.3- Potencia.....	35
5.5.1.4- Gas auxiliar.....	35
5.5.1.5- Longitud de onda.....	35
5.5.1.6- Barrido radial y axial.....	35
5.5.1.7- Lectura de muestras.....	36
5.5.1.8- Análisis espectral.....	36
5.6- Verificación.....	36
5.6.1- Reproducibilidad.....	36
5.6.2- Sensibilidad.....	36
5.6.3- Presión.....	37
5.6.4- Exactitud.....	37
5.6.5- Linealidad.....	37
5.6.6- Límite de detección.....	37
5.6.7- Límite de cuantificación.....	37
6- Resultados	38
6.1- Plasma ICP-OES.....	38
6.2- Fluorescencia de rayos X.....	53
6.3- Difracción de rayos X.....	64
7- Análisis y discusión de resultados	67
7.1- Técnica ICP-OES.....	68
7.2- Técnica Fluorescencia de rayos X.....	72
7.3- Técnica difracción de rayos X.....	73
8- Conclusiones	74
8- Bibliografía	75
9- Mesografía	76
Apéndice A (imágenes)	77
Colección LB.....	78
Colección LC.....	82
Colección 2.....	86
Colección foráneas.....	92
Apéndice B (Glosario)	93

1- Introducción

El barro o cerámico es el primer material sintético producido por el hombre, por ello, a partir de éste se puede conocer y estudiar de mejor manera la historia de la mayoría de las culturas desaparecidas. Su clasificación puede indicar tanto su origen como proceso de manufactura ^[1]. La fabricación de este tipo de material no se ha alterado a lo largo de los siglos y el principio sigue siendo el mismo: a la pasta arcillosa se le da forma con las manos o herramientas, para posteriormente ser sometida a cocción en un horno a temperatura lo suficientemente alta (850 y 1000°C) como para cambiar propiedades físicas del material original. Las técnicas físico-químicas empleadas en la caracterización de cerámicas contribuyen a resolver problemas arqueológicos, como el estudio de la procedencia de los materiales, las condiciones de cocción de las cerámicas antiguas y su preservación. La selección de diversas técnicas de investigación para el análisis de los cerámicos depende de la complejidad de la matriz, debido a la presencia de óxidos, carbonatos y sales. Para el estudio de los elementos químicos presentes que se encuentran en concentraciones muy pequeñas, se requiere utilizar una técnica analítica que logre digerir la matriz y que ésta no interfiera con la lectura del equipo. El uso de la espectroscopia atómica ^[2] nos permite conocer la composición química elemental de los materiales. Un espectrómetro de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES) posee un plasma con una temperatura alta (aproximadamente 10,000K) que permite el manejo de este tipo de muestras, Sin embargo, es necesario estudiar y corregir las interferencias espectrales a fin de obtener resultados confiables en el análisis, para así tener un método sensible y reproducible que permita la cuantificación de los elementos presentes.

El objetivo del presente trabajo es determinar la composición elemental de los diferentes tipos de fragmentos de cerámica de la civilización teotihuacana al utilizar un espectrómetro de emisión atómica con plasma ICP para conocer de la composición de las muestras arqueológicas. Se trabajó con cuatro colecciones de

fragmentos cerámicos proporcionados por el Instituto Nacional de Antropología e Historia (INAH), correspondientes al proyecto de Conservación e Investigación en el Complejo Arquitectónico de la "Pirámide del Sol" temporada 2015*. Las cuales pertenecen a las etapas del preclásico tardío y clásico temprano.

Se llevó a cabo el análisis por ICP-OES para conocer la composición elemental de las muestras. Adicionalmente se llevaron a cabo análisis por fluorescencia de rayos X y difracción de rayos X para confirmar los resultados obtenidos, y así enriquecer esta investigación. Los resultados de este trabajo se entregarán a dicha institución para enriquecer el acervo nacional.

2- Hipótesis

Si se desarrolla una metodología analítica usando digestión con microondas y espectroscopia de emisión atómica con plasma ICP es posible caracterizar químicamente muestras cerámicas antiguas.

3- Objetivos

- 1.** Desarrollar la metodología para digerir químicamente muestras de cerámica antigua utilizando horno de microondas
- 2.** Desarrollar una metodología analítica usando espectroscopia de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente optimizando todos los parámetros de operación para la evaluación y cuantificación de elementos presentes en muestras cerámicas antiguas.
- 3.** Realizar el estudio espectral de las posibles interferencias en los diferentes elementos a analizar, así como con la matriz cerámica.
- 4.** Encontrar los elementos químicos característicos presentes en las muestras de cerámicas arqueológicas de la zona de Teotihuacan.

4- Antecedentes

4.1- Perspectiva de la cultura teotihuacana.

Hablar de Teotihuacan supone considerar el desarrollo de la complejidad sociopolítica, consolidación y desarrollo urbano, la expansión de la ideología de una cultura a un concepto macro regional, el diseño de redes comerciales y otras muchas más cuestiones. El periodo que se denomina clásico corresponde para gran parte del altiplano mexicano el momento de mayor poder de Teotihuacan y de su expansión en territorio mesoamericano, por lo que es un periodo de homogeneización cultural de esta región.

Teotihuacan fue una de las ciudades más grandes de América e importante durante el periodo clásico mesoamericano. Actualmente funge como uno de los yacimientos arqueológicos que posibilita investigaciones científicas para conocer y comprender los diferentes procesos sociales en el desarrollo de la formación del estado temprano en América.

Las técnicas mineralógicas proporcionan información acerca de los minerales que componen la pasta arcillosa; debido a que los suelos presentan mucha variedad, así como las posibles modificaciones mineralógicas que ha podido sufrir la arcilla durante el proceso de cocción.

El arte de elaborar vasijas de barro cocido, es decir, la alfarería fue un recurso muy utilizado en esta zona. A través del estudio de las diferentes piezas se han podido distinguir los distintos periodos del desarrollo cultural por los que pasó esta civilización.

La historia de Teotihuacán es extensa y compleja, por lo que para abordar diferentes aspectos se ha propuesto la utilización de una cronología que la divide en diversos periodos. La cronología de Teotihuacán está construida en torno a los restos cerámicos hallados en las excavaciones, de modo que cada una de las fases de esta cronología está relacionada con cambios técnicos o estilísticos que se observan en los productos alfareros de la ciudad. En muchos sentidos, este procedimiento ha ayudado a simplificar la tarea de la datación de los restos

arqueológicos, puesto que es un material muy abundante que resiste bien al paso del tiempo y se ha encontrado en diversos contextos arqueológicos.

Sin embargo, el procedimiento no deja de presentar algunos inconvenientes, por ejemplo, la definición de las características de cada fase cerámica y su delimitación en el tiempo. Siendo numerosos los investigadores que han puesto su atención en Teotihuacán, se dispone de varias cronologías para la ciudad. En la actualidad parece haber consenso en torno a la cronología propuesta por Ren Millon y su equipo de colaboradores. A pesar de esta aceptación generalizada, existen algunos trabajos que ponen de manifiesto que dicha cronología debe ser ajustada. Por ejemplo, George Cowgill ha propuesto que la decadencia de Teotihuacán ocurrió entre cincuenta y cien años antes de la fecha sugerida por Millon. Desde ese punto de vista, la dimensión temporal de algunas fases cerámicas en la cronología teotihuacana como se muestra en la figura 4.1.

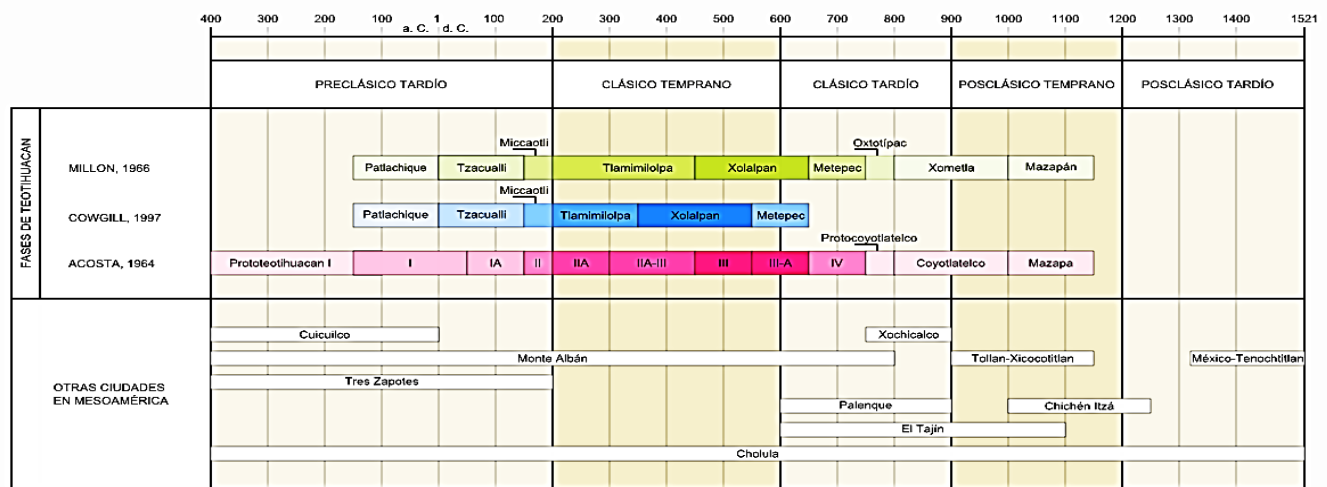


Figura 4.1- Cronología de las teorías de las fases de Teotihuacan en conjunto con otras culturas de Mesoamérica. [2]

Históricamente se conocen tres teorías de las fases de Teotihuacan: Millón (1966), Cowgill (1997) y Acosta (1964); cada una de las teorías describe las diferentes fases del periodo teotihuacano y como se desarrolló junto con las otras culturas en Mesoamérica como lo muestra la figura 4.1, las piezas utilizadas en este trabajo están fechadas con las fases de la teoría del Dr. George Cowgill. No hay que olvidar la importancia de las cerámicas, más allá de aportaciones cronológicas, como

marcadores sociales de relaciones con las otras áreas de Mesoamérica [6]. La cultura material se describe a partir de la etapa preclásica tardía y clásico temprano como se presenta a continuación:

- Cerámica del periodo **Patlachique** (del 150 a. de C. al 1 d. de C.). Son vasijas pintadas de color blanco sobre rojo y rojo sobre amarillento.
- Cerámica del periodo **Tzacualli** (del 1 d. de C. al 150). A esta época pertenecen los vasos representando a Tláloc y algunos floreros. Es una cerámica negra.
- Cerámica del periodo **Miccoatl** (del 150 al 200 d. de C.). Corresponde a este periodo la cerámica anaranjada en ejemplares de vasos con tapas decoradas y vasos pintados de rojo sobre marrón.
- Cerámica del periodo **Tlalmimilolpa** (del 200 a 350 d. de C.): urnas y braseros. En general los alfareros fabricaron ollas, vasijas zoomorfas y antropomorfas, figurillas, muñecos, objetos domésticos, vajillas, collares, etcétera.

La ciudad de Teotihuacán se redujo de una de las mayores ciudades metropolitanas del México precolombino en los siglos V y VI d.C. a una ciudad abandonada en el siglo VIII d.C. Aunque los arqueólogos pueden documentar el abandono real de la ciudad de Teotihuacan, hay pocas evidencias que permitan saber el motivo de su abandono. Un aumento del militarismo, la sobrepoblación y el agotamiento de los recursos naturales, sugieren un incremento en las guerras que podría ser una posible explicación del ocaso de la cultura.

Los análisis de laboratorio están encaminados a la conservación y restauración de los objetos cerámicos antiguos son capaces de darnos información sobre el estado de conservación. La utilización de técnicas químicas y mineralógicas en arqueología está registrando grandes avances al conocer la procedencia de las arcillas utilizadas para su elaboración [5]. Por la naturaleza de los cerámicos prehispánicos resulta importante conocer su composición química específica tanto de los elementos mayoritarios como de los elementos minoritarios. Se analizarán cuatro colecciones de fragmentos cerámicos de diferentes ofrendas de cuatro periodos, recogidas de una excavación del túnel que conecta la pirámide del Sol al templo de Quetzalcoatl, como lo muestra la figura 4.2., proporcionados del Proyecto de Conservación e

Investigación del INAH del Complejo Arquitectónico de la Pirámide del Sol temporada 2015.



Figura 4.2- Perspectiva del túnel que conecta el templo de Quetzalcoatl y la pirámide del sol donde se encuentran las ofrendas prehispánicas proporcionadas. Fuente perspectiva 3D del túnel INAH.

En la actualidad existen estudios y publicaciones de diferentes análisis químicos a cerámicos de la zona arqueológica de Teotihuacan. La mayoría son realizados en el extranjero, estos estudios no especifican el criterio detallado del análisis y se dejan muchos aspectos por confirmar [5].

Los objetos arqueológicos presentan una gran variedad de propiedades físicas y químicas, con características únicas y muy difíciles de reproducir.

Para lograr conocer la confiabilidad de su composición química, se requiere una metodología analítica con una técnica suficientemente sensible para detectar niveles de concentración muy bajos, y así determinar las concentraciones de los elementos que componen la matriz. Los requerimientos exigen una técnica analítica que permitan la cuantificación de los diferentes elementos y especies químicas, en muchas ocasiones es necesario el uso de diferentes técnicas analíticas que se complementen y así tener una confirmación de la composición del material.

4.1.2- Arcilla

La arcilla es un material compuesto por agregados de silicatos de aluminio hidratados resultantes de la descomposición de diferentes minerales de aluminio. Las impurezas que presenta el material ocasiona que éste tenga diversas coloraciones, siendo de color blanco en su forma más pura. La arcilla surge a partir de la descomposición del feldespato, proceso natural que dura miles de años. Se considera un coloide, de partículas pequeñas y con superficie lisa. El diámetro de las partículas de arcilla es generalmente inferior a $2\mu\text{m}$. La fórmula general de la arcilla es:



4.1.3- Feldespatos

El procesado del producto de cantera viene fijado por la naturaleza y uso a que se destine. Generalmente es sencillo, reduciéndose a un machaqueo previo y eliminación de la humedad y finalmente, a una molienda hasta los tamaños de partícula deseados. La temperatura de secado depende de la utilización posterior de la arcilla.

Los silicatos pertenecientes al grupo de los tectosilicatos que tienen arreglo tridimensional, están incluidos en el subgrupo de los feldespatos alcalinos que son mezclas de aluminosilicatos sódicos o potásicos.

La serie albita – anortita o serie de las plagioclasas es una serie continua en la que existe solución sólida completa con sustitución acoplada entre los dos extremos composicionales. $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ (albita) $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ (anortita). Esta serie es parte del triángulo de los feldespatos situándose la ortosa (KAlSi_3O_8) en el tercer vértice ubicado en la figura 4.3.

Normalmente esta serie se referencía como An X , donde X es un número que indica el % de anortita que se tiene. Así, una fase que sea An 100 será anortita pura, una que sea An 50 será mitad anortita mitad albita, y una que sea An 0 será albita pura.

Las diferentes fases en porcentajes variables reciben diferentes nombres; así, de menos a más anortita se tienen las fases: albita, oligoclasa, andesina, bitownita,

labradorita y anortita, tal como se indica en el triángulo de los feldespatos. En él puede verse que los dos extremos composicionales puros (Anortita) tienen diferentes temperaturas de cristalización, sobre unos 1500 °C para la An. y sobre unos 1125 °C para la Ab. Ambos puntos son unidos por dos líneas curvas, que son la línea de líquidus (la superior) y la línea de sólidos (la inferior). Supongamos que estamos siempre en situación de equilibrio.

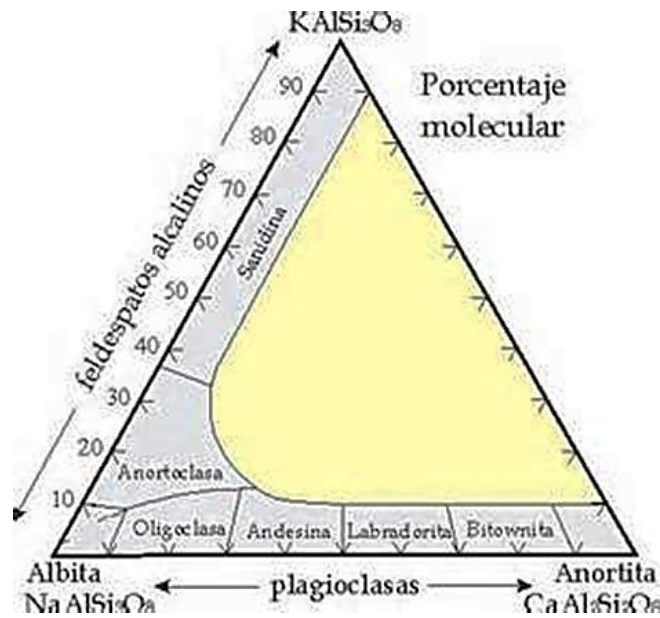


Figura 4.3. - Triángulo de feldespatos alcalinos en porcentaje molecular

Dependiendo de los minerales de la serie los porcentajes presentes de estos tectosilicatos se tienen las siguientes denominaciones ver tabla 4.1.

Tectosilicato	ALBITA	ANORTITA
Albita	100 - 90%	0 - 10%
Oligoclasa	90 - 70%	10 - 30%
Andesina	70 - 50%	30 - 50%
Labradorita	50 - 30%	50 - 70%
Bitownita	30 - 10%	70 - 90%
Anortita	10 - 0%	90 - 100%

Tabla 4.1- Composición de feldespatos alcalinos con plasma acoplado

4.2- Espectrometría de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES)

4.2.1- Plasma

La definición más general establece que un plasma es un gas altamente ionizado capaz de conducir la electricidad. Contiene una concentración significativa de cationes y electrones en una proporción casi simétrica entre sí dando como consecuencia que la carga neta se aproxima a cero, confinado en un tubo de descarga. En su aplicación espectroscópica se denomina plasma a un gas parcialmente ionizado (basta con que lo estén el 1 % de sus átomos o moléculas), confinado en un campo electromagnético, existiendo un equilibrio entre partículas cargadas y neutras. El campo magnético puede interactuar con el plasma, por tanto, una de estas interacciones es el acoplamiento inductivo del campo magnético variante en el tiempo con el plasma.

4.2.2- Espectrómetro de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES)

En el equipo, la ionización para formar el plasma se realiza mediante una corriente inducida de alta frecuencia. En principio, es necesario iniciar la ionización del gas utilizando un medio auxiliar, una chispa. Posteriormente se mantiene por la corriente de alta frecuencia que fluye a través de la bobina de inducción. El efecto es la aparición de un campo magnético. Los campos de fuerza se orientan axialmente a la bobina, e induce a los iones y electrones a moverse en órbitas circulares, creando corrientes eléctricas que, a causa del efecto Joule, ocasionan un calentamiento de los gases, alcanzándose temperaturas de hasta 10 000K, proporcionando la continuidad del plasma como se muestra en la figura 4.4 del equipo ICP-OES.

El sistema se basa en la observación de los espectros de emisión. Los átomos excitados o ionizados emiten radiaciones características para cada elemento que, una vez focalizadas sobre un monocromador, se transforman eléctricamente en datos, de los que se obtendrán resultados cualitativos y cuantitativos; Tiene un

amplio intervalo de trabajo; es capaz de determinar porcentajes en peso y partes por millón en una sola curva de calibración.

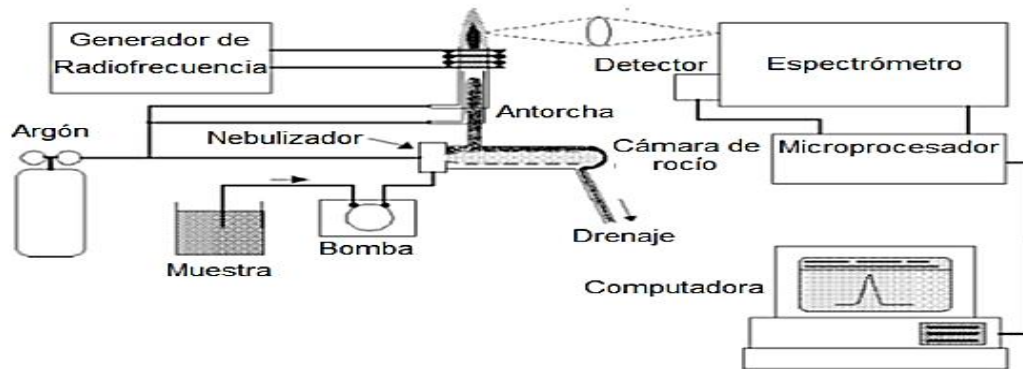


Figura 4.4- Esquema general de un equipo ICP-OES

El plasma se forma con un flujo de gas argón (de 8-20 L/min) a través de un arreglo de tres tubos de cuarzo concéntricos conocido como antorcha del plasma. La antorcha tiene un diámetro interno de 18 a 20 mm y está dentro de la bobina de inducción, la cual está conectada al generador de radiofrecuencia (RF). Dicho generador opera en un intervalo de frecuencias de 27 a 40 MHz y a potencias de salida de 1 a 2 KW. El campo magnético, generado por la corriente de RF pasa a través de la bobina de inducción, ioniza parte de los átomos de la corriente de gas Ar como se muestra en la figura 4.5 El plasma se forma instantáneamente cuando el Ar se alimenta con electrones energéticos producidos por una descarga.

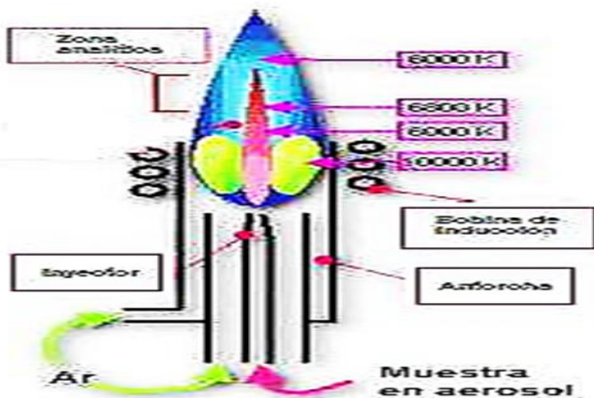


Figura 4.5- Generación del plasma confinado en la antorcha y perfil de temperaturas

Los electrones y los iones de Ar se aceleran por el campo electromagnético de alta frecuencia generado por la bobina de inducción. La energía que se transfiere dentro del plasma es dominada por electrones, debido a que tienen menor masa y adquieren mayor velocidad. El estado estable ocurre cuando se dan las recombinaciones ion-electrón las cuales emiten luz produciendo un espectro continuo correspondiente a la distribución de energías cinéticas de los iones en el plasma.

El plasma tiene un perfil de temperaturas de 6000 a 10 000K, como se muestra en la figura 4.5, la zona más caliente está a la altura de la bobina de inducción, donde se genera. En la zona relativamente fría, es posible que se formen óxidos, que son indeseables. Para evitarlo, en el ICP-OES se usa aire seco de corte, funciona como una barrera física que corta el plasma para minimizar la formación de óxidos.

4.2.3- Fundamentos (ICP-OES)

La teoría atómica asocia la emisión de radiación por parte de los átomos con el comportamiento de los electrones. Cuando un electrón pasa de una órbita externa a una interna, la diferencia de energía entre ambas se emite en forma de radiación electromagnética (fotones).

$$E2 - E1 = h \nu$$

Ecuación 1.- Relación de la longitud de onda con la frecuencia.

Donde:

E2 - es la energía del orbital externo.

E1 - es energía del orbital interno

h - constante. de Planck (6.6262 x-10⁻³⁴ Js)

ν - es la frecuencia

Las ondas electromagnéticas propagan energía mediante la oscilación de un campo eléctrico y uno magnético perpendiculares.

$$\lambda = c' \nu$$

Ecuación 2.- Relación de la longitud de onda con la frecuencia.

- Longitud de onda: Distancia mínima entre dos puntos que están en el mismo estado de vibración.
- Frecuencia (ν): Número de ciclos por unidad de tiempo (Hertz)
- Hercio (Hz), equivalente a un ciclo por segundo.
- C es la velocidad de la luz = 3×10^8 m/s.

La emisión de radiación electromagnética se produce en forma de "fotones"; no es continua. Los átomos no pueden absorber o emitir cualquier valor de energía según su especie. En su conjunto se denomina espectro de un elemento y es característico de éste, lo que permite diferenciar uno de otro. La determinación cuantitativa de los elementos es posible debido a que la cantidad de fotones liberados es directamente proporcional a los átomos cuyos electrones bajaron a un nivel de menor energía y concentración.

De este modo, al clasificar los fotones por su longitud de onda y cuantificarlos, es posible identificar los elementos presentes y asociar una concentración de éstos en una muestra [3].

4.2.4- Nebulización

Los nebulizadores son dispositivos que convierten un líquido en aerosol, el cual se transporta hacia el plasma. La nebulización es uno de los pasos críticos en la técnica de ICP-OES. El sistema ideal sería aquel en que todas las gotas de la muestra entraran al plasma teniendo una excelente reproducibilidad en la vaporización, atomización-ionización, y la excitación [4]. Solo las gotas más

pequeñas logran entrar al plasma. La funcionalidad de un nebulizador depende de la habilidad que el nebulizador posee para producir gotas pequeñas para una vasta variedad de muestras.

Existen muchas formas que pueden usarse para romper un líquido y generar un aerosol; en ICP-OES solo se utilizan dos tipos de fuerzas: las neumáticas y las mecánicas-ultrasónicas.

Los nebulizadores más comunes son los del tipo neumático. Utilizan un flujo de gas a baja presión, pero de alta velocidad para crear el aerosol. El nebulizador concéntrico, el nebulizador Meinhard, y el nebulizador Babington o de flujo cruzado. Todos estos nebulizadores presentan ventajas y desventajas en el momento del análisis.



Figura 4.6- Nebulizador de flujo cruzado con inyectores de zafiro y rubí del equipo ICP-OES.

4.2.5- Sistema óptico

El sistema separa la luz emitida por el plasma y los átomos que se hayan excitado en él. Está compuesto por un conjunto de cristales que permiten la entrada de luz axial o radial, prismas parabólicos para direccionar la luz, una rejilla Echelle para difractar la luz y separarla en longitudes de onda, prisma de Newton para difractar la luz visible, espejos que direccionan la luz, entre otros.

4.2.6- Sistema de detección

El detector consiste en bloques de silicio cristalino de alta pureza como lo muestra la figura 4.7. Sobre cada sustrato se cultiva una capa aislante de dióxido de silicio (SiO_2). Los átomos se encuentran unidos en una red tridimensional. El

enlace entre silicios se rompe cuando es golpeado con una cantidad de energía suficiente para vencer su resistencia, tal como fotones con longitud de onda visible o ultravioleta. Cuando se libera un electrón dentro de la estructura de la red, se forma un par electrón-hueco. Si se aplica un voltaje a través del bloque, los electrones liberados se moverán en la dirección opuesta del campo eléctrico aplicado, la corriente generada es proporcional a la cantidad de fotones que llegaron. Los microprocesadores de alta velocidad pueden examinar píxeles individualmente, incluso durante el tiempo de integración (tiempo en que los fotones absorbidos por la red cristalina, antes de aplicar el voltaje que provoque el movimiento de electrones) para determinar la cantidad de carga acumulada.

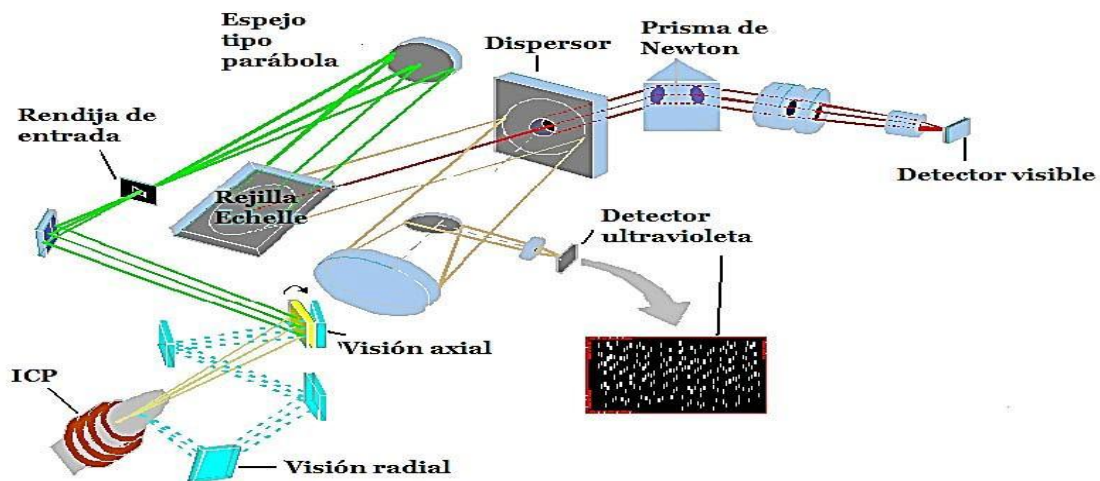


Figura 4.7- Arreglo que forma el sistema óptico SCD.

El detector SCD "Segmented-array Charged-Coupled Device Detector" (Dispositivo detector de transferencia de carga de arreglos segmentados), está diseñado para la recolección individual segmentada de fotones. En este tipo de detector hay más de 200 subconjuntos de colectores colocados en una pequeña placa de silicio en un patrón bidimensional asociado con el Echellograma producido por el espectrómetro, como lo muestra la figura 4.7. Estos subconjuntos corresponden a las líneas espectrales más importantes de los 70 elementos observados en ICP-OES.

4.2.7- Interferencias

Las interferencias en un ICP-OES pueden originarse desde una mala preparación de la muestra y hasta la operación inadecuada del equipo. Existen formas de corregir las posibles interferencias que podemos encontrar en un análisis químico. A continuación, se muestran los tipos de interferencias que pueden presentarse.

- **Físicas:** Causan variación en la luz emitida por la misma concentración de un elemento debido a las diferencias de matriz entre los estándares de calibración y las muestras. Esta diferencia puede provocar efectos cinéticos relacionados con la diferencia de densidad, y los efectos termodinámicos se deben a la habilidad de las soluciones para absorber o transportar energía afectando la temperatura del plasma.
- **Químicas:** Las temperaturas tan elevadas que se alcanzan en un plasma (10 000 K) eliminan la mayoría de las interferencias químicas y esta es la razón principal por lo cual se alcanzan buenos límites de detección para los elementos de nuestro interés. Sin embargo, este tipo de interferencias pueden ocurrir cuando el analito se combina con otro elemento impidiendo la excitación.
- **Espectrales:** Se presentan debido al espectro inherente del argón o por las líneas y/o espectros continuos de las especies atómicas o moleculares inyectadas en el plasma. Las interferencias espectrales son aquellas donde no se tiene una señal espectral aislada del analito en estudio, sino que está acompañada por dos o más componentes de la matriz que emiten radiación en longitudes de onda muy cercana a la del analito y con una concentración más alta provocando que se traslapen los espectros y en consecuencia se reporte una concentración más grande que la concentración real.
- **De fondo:** Las líneas de emisión espectrales en ICP-OES siempre están expuestas a una emisión de fondo continua debido a la "corriente oscura" del detector y al espectro continuo emitido por el plasma; conocido como ruido de fondo, este puede provocar que el equipo arroje una señal falsa positiva, que afecta la cuantificación del analito de interés.

4.2.8- Espectros ópticos

El procesador recibe y transforma la información del detector, la intensidad medida en cada zona del detector siendo que cada una recibe fotones de una longitud de onda. Los espectros se forman al graficarse la intensidad medida en cuentas por segundo en cada punto del detector que está asociado a una longitud de onda.

4.3– Método de Fluorescencia de Rayos X

El fundamento de la Fluorescencia de Rayos-X radica en la existencia de un sistema atómico con distintos niveles de energía y las posibles transiciones electrónicas entre ellos. La base de la técnica analítica de la Fluorescencia de Rayos-X por dispersión en longitud de onda (WDFRX por sus siglas en inglés) es la medida de la energía de la radiación emitida en éstas transiciones energéticas. La técnica de FRX es un método de análisis químico para todo tipo de materiales, es rápido, preciso y no destructivo. Además, la preparación de la muestra es sencilla y sólo se requiere una pequeña cantidad de la misma siendo un método espectroscópico atómico que presenta muchas ventajas como método de análisis químico.

El fenómeno de Fluorescencia de Rayos-X se puede describir en tres etapas: excitación, emisión y conversión de unidades

a) Excitación de la muestra: si se considera un sistema en su estado fundamental, es decir, de menor energía. Al aplicarse una energía de una magnitud suficiente, ésta puede ser absorbida por el sistema, pasando éste a un estado de mayor energía o estado excitado debido a la salida de electrones del átomo. A la excitación producida por rayos X se le llama radiación primaria o fotones de rayos-X primarios.

b) Emisión: los estados excitados son inestables, y el átomo tiende a volver a su estado fundamental, para lo cual se producen saltos de electrones desde los niveles más externos hacia los niveles más internos, para ocupar los huecos producidos. Este proceso produce desprendimiento de energía en forma de radiación de rayos-X secundaria llamada fluorescencia de rayos-X

c) Conversión de intensidades a concentración: en este paso es donde ya se obtiene la información en unidades que nosotros podemos interpretar. Hay que considerar la calibración y la corrección el efecto matriz.

4.4– Método de difracción de rayos X

Los rayos X son radiación electromagnética cuya longitud de onda se encuentra entre los 10 a 10.1 nanómetros (nm), correspondiendo a frecuencias del rango de 30-300 MHz. Los rayos X surgen de fenómenos extra nucleares, a nivel de la órbita electrónica, principalmente producidos por desaceleraciones de electrones. La energía de los rayos X es del orden de 12.3KeV (kilo electronvoltio).

La energía por fotón es

$$\varepsilon = \hbar\omega = h 2\pi 2\pi\nu = h\nu$$

Donde h es la constante de Planck ($h=4.1357 \times 10^{-15} \text{eV s}$) y ν la frecuencia de los rayos x, que puede ser expresada por medio de su longitud de onda (λ) y la velocidad de la luz (c), como

$$\nu = c \lambda$$

Tal que podemos expresar como

$$\begin{aligned} \varepsilon &= hc \lambda \\ &= 4.1357 \times 10^{-15} \text{eV s} \cdot 2.9 \times 10^{10} \text{ cm s} \cdot 10^{-8} \text{ cm} \approx 12.3 \times 10^3 \text{eV} \end{aligned}$$

Por este tipo de características (tamaño de longitud de onda y energía) es que los Rayos X pueden ser utilizados para explorar la estructura de los cristales por medio de experimentos de difracción de rayos X, pues la distancia entre los átomos de una red cristalina es similar a longitud de onda de los rayos X.

Cuando el haz de rayos X incide sobre un cristal, provoca que los átomos que conforman a éste dispersen a la onda incidente. Cada uno de los átomos produce un fenómeno de interferencia. Para determinadas direcciones de incidencia será destructivo y para otras constructivo surgiendo así el fenómeno de difracción. La información que proporciona el patrón de difracción de Rayos X, se puede ver como dos aspectos diferentes pero complementarios. Por un lado, la geometría de las direcciones de difracción (condicionadas por el tamaño y forma de la celda elemental del cristal) que nos ofrecen información sobre el sistema cristalino, y

por otro lado la intensidad de los rayos difractados, están íntimamente relacionados con la naturaleza de los átomos y las posiciones que ocupan en la red, tal que su medida constituye la información tridimensional necesaria para conocer la estructura interna del cristal. En general, existen tres métodos de difracción de rayos X utilizados, como son:

- Método de Laue
- Método de movimiento o Rotación total o parcial del cristal
- Método del Polvo

En este último método (polvo) la muestra se pulveriza tan finamente como sea posible y se asocia con un material amorfo, en forma de eje acicular de 0.2 a 0.3 mm de diámetro. La muestra de polvo está formada idealmente por partículas cristalinas en cualquier orientación; para asegurar que la orientación de estas pequeñas partículas sea totalmente al azar con respecto del haz incidente, la muestra generalmente se hace girar en el haz de rayos X durante la exposición. La cámara de polvo tiene forma de disco para montar la muestra. La pared cilíndrica como lo muestra la imagen 4.8 que está cortada diametralmente por un colimador y un obturador del rayo opuesto a aquél, con dos agujeros perforados, de modo que el tubo del colimador y del obturador pasan a través de ellos.

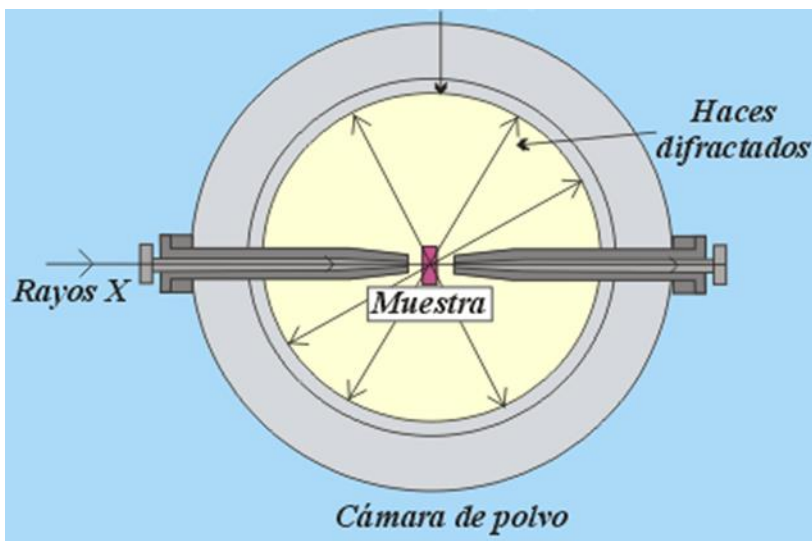


Figura 4.8. Diagrama del porta muestras del difractómetro de Rayos X

Un fino haz de rayos X monocromáticos se hace pasar por el sistema colimador e incide sobre la muestra, que está cuidadosamente centrada en el eje corto de la cámara, de tal manera que la muestra permanece en el haz mientras gira durante la exposición. Los rayos que no han sido desviados pasan a través y alrededor de la muestra y pasan por el obturador antes de salir de la cámara.

Los máximos de difracción de un conjunto de planos determinados forman 2 conos simétricos como lo muestra la figura 4.9 cuyo eje coincide con el haz incidente. El ángulo entre el haz no difractado y los haces difractados que constituyen los conos es de valores enteros n , dando lugar a conjuntos diferentes de conos de haces difractados. La intersección de cada cono de haces difractados produce dos arcos simétricos con respecto a dos centros que representan el lugar de entrada y salida del haz de rayos X de la cámara

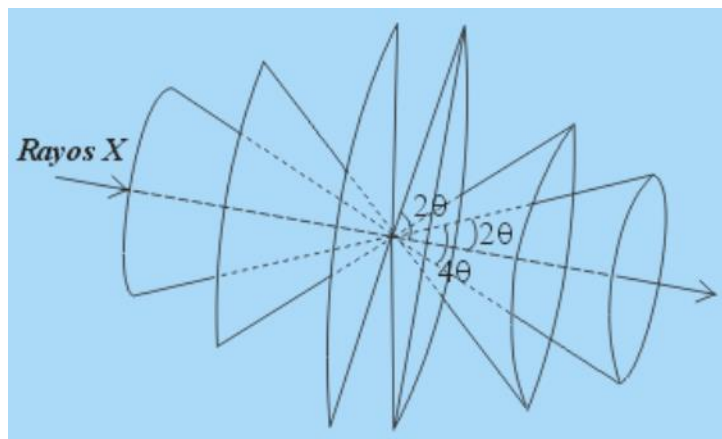


Figura 4.9. Conos de intersección que producen la difracción.

Considerando el modelo en polvo del cristal el cual se sabe tiene estructura definida, se aplica este método, después de la exposición. Posteriormente medimos la posición de cada línea de difracción. De los resultados es posible asociar la muestra con un tipo particular de estructura cúbica y también determinar un valor para su parámetro de red

4.5 Ley de Bragg

La hipótesis de Bragg consiste en imaginar la difracción como una reflexión de los rayos X originada por "espejos" imaginarios formados por planos de átomos de la red cristalina. Debido a la naturaleza repetitiva del cristal, estos planos estarían separados entre sí por distancias constantes d .

Los dos haces de rayos X, de longitud de onda λ , inciden en fase sobre planos imaginarios con un ángulo de incidencia θ y forman un frente de ondas.

Para que exista reflexión cooperativa es necesario que tras la reflexión ambos haces sigan estando en fase, situación que sólo ocurrirá si la diferencia de caminos recorridos por los frentes de onda OF y OH (frentes de onda antes y después de la reflexión) es un número entero de veces la longitud de onda. La ley de Bragg se expresa de la siguiente manera

$$2 d \sin \theta = n \cdot \lambda$$

Ecuación 3.- Cálculo de la ley de Bragg.

La difracción de rayos x es una técnica analítica no destructiva y de las más importantes en la caracterización de materiales cristalinos, tales como compuestos orgánicos e inorgánicos.

La técnica de rayos X puede ser utilizada para identificar las fases presentes en la muestra, desde materia prima de partida hasta un producto final. Esta técnica ha sido utilizada durante muchas décadas con gran éxito para proporcionar información precisa sobre la estructura de los materiales.

La calidad del patrón de difracción suele ser limitado por la naturaleza y la energía de la radiación disponible, por la resolución del instrumento y por las condiciones físicas y químicas de la muestra. Dado que muchos materiales sólo pueden ser preparados en una forma policristalina, la técnica de difracción de rayos X se convierte en la única opción realista para una determinación de la estructura cristalina de estos materiales.

Para la identificación de las fases cristalinas contamos con los programas Match y el X'Pert High Score Plus y con las bases de datos cristalográficas ICSD (Inorganic Crystal Structure Database) con 124,335 compuestos y la PDF-2 de la ICDD (International Centre for Diffraction Data) con 230,346 compuestos.

La característica de la muestra, para poder ser caracterizada se requiere que estén en polvo el cual deberá tener un tamaño de partícula no mayor de 0.1 mm y con la mayor homogeneidad posible.

5. Desarrollo experimental

En esta sección se describe el procedimiento experimental que se siguió para el desarrollo del método analítico. Con lo que respecta a las muestras, se disponen de 41 ejemplares, se seleccionaron, etiquetaron y acondicionaron para el análisis químico. La curva de calibración se preparó con 5 estándares. Para optimizar el equipo se estudió el efecto de tres variables, posición del cassette, flujo del nebulizador y velocidad de la bomba peristáltica; como constantes se consideraron el diámetro del inyector, el flujo del plasma, el flujo del auxiliar y la potencia del generador de radio frecuencia.

5.1- Equipo, material y reactivos de laboratorio **Reactivos para digestión**

- Extran (detergente libre de fosfatos)
- Ácido nítrico concentrado, grado analítico, 65%, marca Suprapur.
- Ácido fluorhídrico concentrado, grado reactivo, 48%, marca Merck.
- Agua desionizada ASTM tipo 1

Reactivos para ICP-OES

- Estándar de Calcio 1000 ppm marca PerkinElmer.
- Estándar S21 100mg/L de As, Be, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Li, Mg, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Sr, Ti, Tl, V, Zn. PerkinElmer 5% HNO₃.
- Estándar 7 A (alcalino) 1000mg/L de K, 500 mg/L de Si, 100 mg/L de Al, B, Ba, Na, y 50 mg/L Ag, Marca PerkinElmer.
- Argón de alta pureza 4.8, marca INFRA.
- Agua desionizada ASTM tipo1

Material y equipo

- Espátula de acero inoxidable
- Frascos de PVC de 125ml
- Mortero de ágata
- Piseta
- Probeta de HDPE marca Nalgen 50 ml
- Micropipetas con puntas desechables de 500, 100 y 50 μ L, marca Lab Systems.
- Balanza analítica marca Ohaus, modelo Analytical Plus
- Horno de microondas analítico con carrusel para 6 reactores de teflón, marca Mileston Microwave Laboratory Systems, modelo mega MLS 1200
- Espectrómetro de Emisión Atómica por Plasma Inductivamente Acoplado (ICP-OES) Marca PerkinElmer, modelo Optima 4300 DV

5.2. Muestras trabajadas

En esta sección se describe a detalle el procedimiento experimental que se siguió para el desarrollo del método analítico. Con lo que respecta a las muestras, se disponen de 4 colecciones de cerámicos (APÉNDICE A):

- Colección lote blanco (LB) – 15 muestras
- Colección lote colores (LC) – 10 muestras
- Colección 2 – 12 muestras
- Colección foránea – 2 muestras

El acopio de muestras de cerámica lo realizó en el Instituto Nacional de Antropología Historia INAH. Se proporcionaron cuatro colecciones de restos de cerámica antiguas pertenecientes a cuatro etapas del periodo Teotihuacano, que son: **Patlachique** (150-1 AC), **Tzacualli** (1-150 DC), **Miccoatl** (150-200DC), **Tlalmimilopa** (200-350DC). Las colecciones de las muestras de cerámica se entregaron en un solo fragmento, son piezas únicas, previamente identificadas por la institución, de acuerdo al periodo en que fueron fabricados, profundidad en que fueron encontrados, grupo, forma, espesor y tamaño

5.2.1 Desmuestre

El desmuestre consiste en tomar una porción representativa del cerámico bajo condiciones óptimas dentro del laboratorio. Debido a que el muestreo y registro se realizó en el sitio arqueológico por parte del INAH, se diseñó el desmuestre, erosionando la muestra en la parte transversal con una espátula de acero inoxidable para obtener una porción de polvo grueso (100 mg aproximadamente) de cada una de las muestras. Posteriormente es molido en un mortero de ágata, hasta obtener un polvo fino y homogéneo.

Las muestras no se pueden alterar o destruir debido al resguardo que tiene con la institución. Por tanto, las cuatro colecciones se devolverán al INAH sin haberla alterado severamente, se utilizará la misma nomenclatura y numeración asignada.

5.3- Digestión vía húmeda

Previamente todo el material de trabajo fue tratado con HNO_3 al 5% para eliminar cualquier tipo de contaminantes o residuos debido a la manipulación del material, posteriormente fue enjuagado con agua desionizada para obtener un material totalmente acondicionado como lo muestra el cronograma 1.



Imagen 6.1. Horno de microondas analítico.

El procedimiento fue el siguiente:

- Se colocó dentro de cada reactor de teflón una mezcla de 10.0 ml de HNO_3 concentrado con 1 ml de HF concentrado, más 0.1g de cada una de las muestras cerámicas.
- Para la elaboración del blanco de digestión también se utilizó un reactor de teflón al que se le colocó una mezcla de 10.0 ml de HNO_3 concentrado con 1 ml de HF concentrado.
- Se colocaron sobre el carrusel los 6 reactores dentro horno de microondas de laboratorio, previamente se creó un programa de calentamiento de calentamiento, llegando a una potencia máxima de 600W, hasta obtener una disolución completa, (tiempo aaprox. 60 min.) por cada corrida hasta a completar las cuatro colecciones de cerámicos.
- Se vació cada solución resultante en una probeta de HDPE de 50ml para aforar, posteriormente se vació en frascos de PVC de 125ml previamente identificados para su almacenamiento.

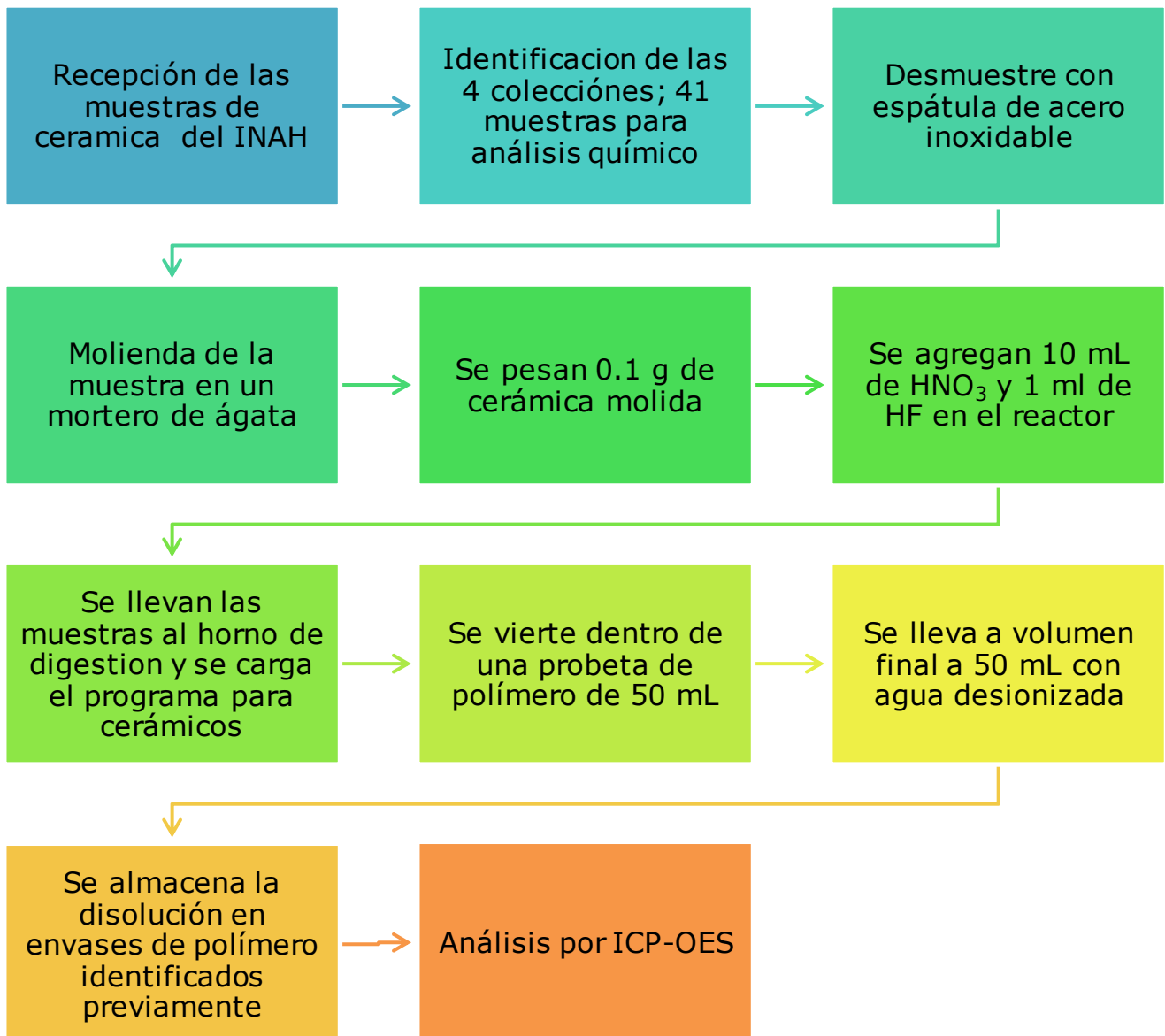


Diagrama 1.- Método de digestión acida utilizado para disolver las muestras de cerámico.

5.4- Estándares de calibración

Se realizó una curva de calibración de 5 puntos a partir de los estándares multielemento S21 y 7A. Se llevó a cabo el cálculo para determinar las alícuotas de cada estándar para las diferentes concentraciones como se muestra a continuación

$$V_1 C_1 = V_2 C_2$$

Ecuación 4 - Cálculo de alícuotas para estándares

Donde V_1 es el volumen que se quiere preparar (100 ml), C_1 la concentración a la cual se quiere el estándar, V_2 el volumen de la alícuota del estándar de madre (incógnita) y C_2 la concentración del estándar madre del elemento en cuestión.

Preparación de los estándares:

1. Estándar de **0.1ppm**: se colocó 0.01ml de los estándares S21, 7A, Au y Ag, posteriormente se aforó con agua desionizada a 100ml.
2. Estándar de **0.5ppm**: se colocó 0.05ml de cada estándar S21, 7A, Au y Ag, posteriormente se aforó con agua desionizada a 100ml.
3. Estándar de **1ppm**: se colocó 0.1ml de estándar S21, 7A, Au y Ag, posteriormente se aforó con agua desionizada a 100ml.
4. Estándar de **5ppm**: se colocó 0.5ml de estándar S21, 7A, Au y Ag, posteriormente se aforó con agua desionizada a 100ml.
5. Estándar de **10ppm**: se colocó 1ml de estándar S21, 7A, Au y Ag, posteriormente se aforó con agua desionizada a 100ml.

Cada uno de los estándares se colocó en frascos de PVC y se identificó.

5.5- Análisis químico

Una vez realizado el tratamiento adecuado a las muestras, y preparados los estándares se lleva al ICP -OES, donde primeramente se indica al software de control WinLab 32 ICP la posición en la cual se observará el plasma.

Para encontrar las condiciones instrumentales más adecuadas para el análisis químico se seleccionaron variables: la posición del cassette, el flujo del nebulizador y la velocidad de la bomba peristáltica; como constantes se consideraron el diámetro del inyector, el flujo del plasma, el flujo del auxiliar y la potencia del generador de radio frecuencia.

Para este trabajo la posición es radial, es decir de manera lateral, posteriormente se realiza la alineación en los ejes X y Y porque se busca el punto donde se detecte la señal más alta. Para ello se usó un estándar secundario de Mn de 1 ppm, esta acción consiste en alinear la óptica. El equipo básicamente encuentra la mejor posición de la óptica mediante el movimiento de los espejos cóncavos donde la línea de manganeso emite la mayor señal posible.

Una vez hecho todo el procedimiento se guarda como método "cerámico" previamente desarrollado en el software winlab 32. Posteriormente se generó el archivo de resultados donde se guarda la información generada durante todo el análisis químico. Una vez que se realizó la alineación, se realizaron las curvas de calibración adicionando el blanco y los estándares de 0.1ppm, 1ppm, 4ppm y 10ppm; se crea una gráfica con la intensidad de emisión característica de cada uno de los elementos como se muestran en las figuras 7.1, 7.2, 7.3 y 7.4 de los elementos minoritarios. Tiendo los datos de la concentración correspondiente además de un coeficiente de correlación de cercano a 1, podemos comparar por medio del software, la emisión de cada una de las muestras con la curva de calibración elaborada.

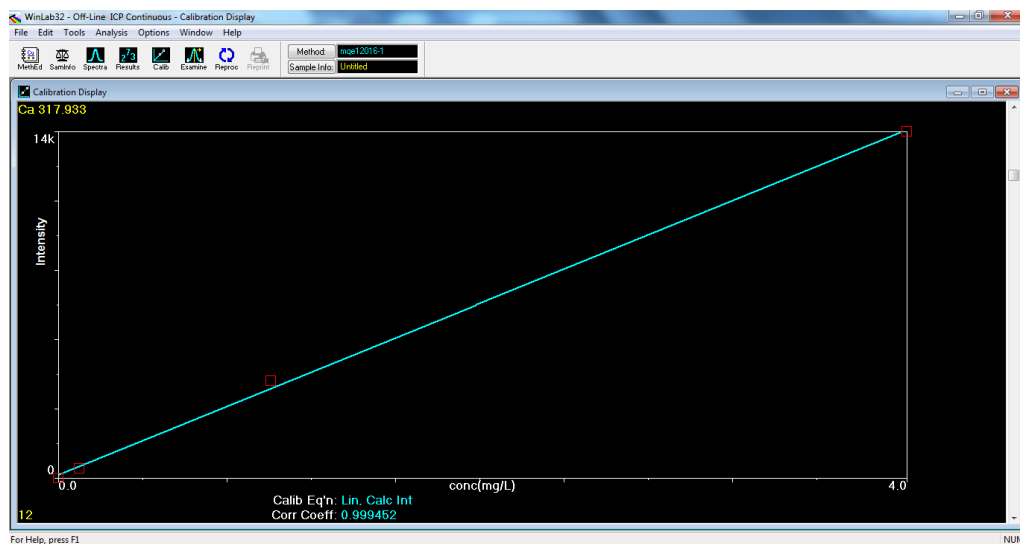


Figura 5.1- Curva de calibración del Ca con las concentraciones de los estándares, intensidad contra concentración.

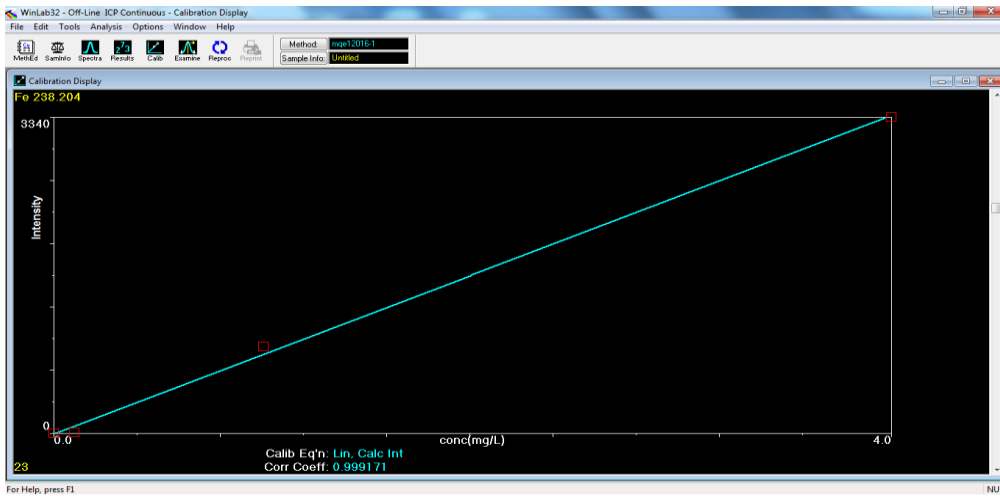


Figura 5.2- Curva de calibración del Fe con los cuatro puntos de los estándares, intensidad contra concentración.

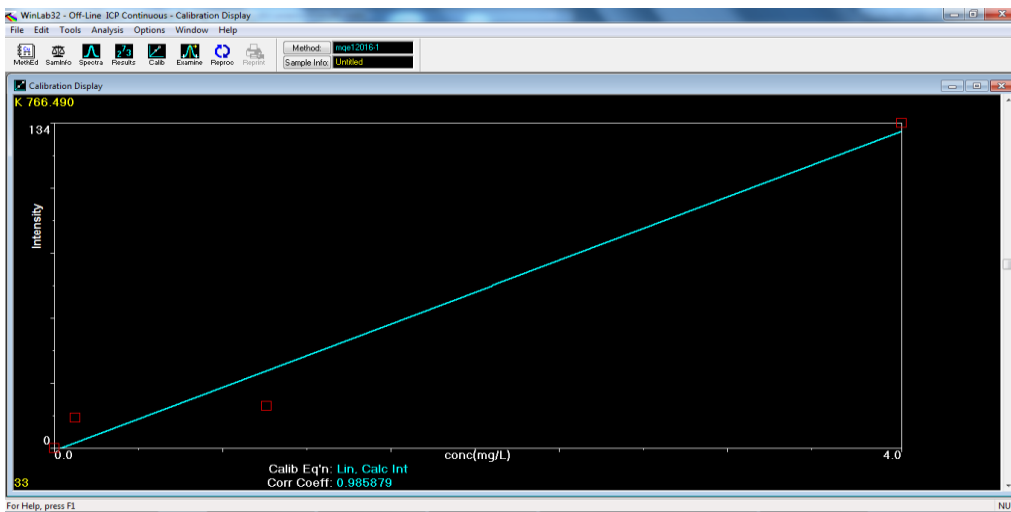


Figura 5.3- Curva de calibración del K con los cuatro puntos de los estándares, intensidad contra concentración.

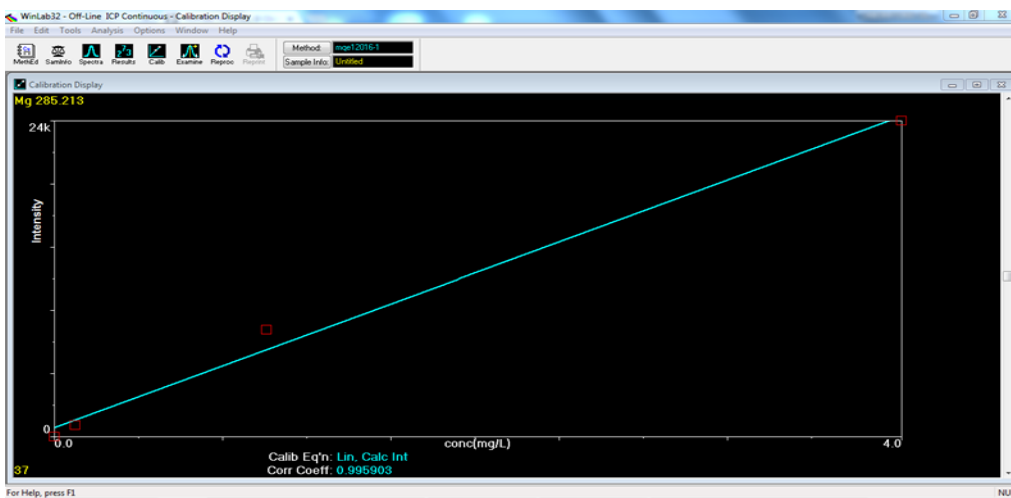


Figura 5.4- Curva de calibración del Mg con los cuatro puntos de los estándares, intensidad contra concentración.

Teniendo las curvas de calibración, y establecidos los parámetros de operación del equipo, es decir flujo de gases (L/min) en el plasma, auxiliary y nebulizador; energía de bobina (W); Flujo de la bomba peristáltica para que entre la muestra a la cámara de rocío de doble vía (polímero de cuarta generación) (ml/min).

Se comienza el análisis de los 36 elementos seleccionados de la tabla periódica, esperando obtener los elementos a nivel trazas en con ICP -OES.

Condiciones	ICP- OES
Flujo de Ar para plasma	15 l/min
Flujo de Ar para gas auxiliar	0.2 l/min
Flujo de Ar para nebulizar	0.5 l/min
Potencia	1300 W
Flujo de bomba peristáltica	2 ml/min

Tabla 5.1 Condiciones de operación del ICP-EOS

Con todo lo anterior podemos comenzar el análisis químico y así conocer el comportamiento de la muestra para cada elemento. Una vez encontradas las condiciones óptimas se analizaron las muestras digeridas. Se estudió cada espectro de cada elemento cuantificado por la técnica ICP- OES. Se reportan las composiciones encontradas, así como parámetros de verificación de ambos métodos analíticos tales como: límite de detección, límite de cuantificación, linealidad en las curvas de calibración, repetitividad y exactitud.

5.5.1- Optimización ICP-OES

5.5.1.1- Velocidad de la bomba peristáltica

La cantidad de muestra que entra en el nebulizador depende de la velocidad de la bomba peristáltica y del calibre de los capilares. Debe permitir que la nebulización sea eficiente y que los resultados sean representativos.

5.5.1.2- Flujo de nebulización

Particularmente, el flujo de nebulización es el parámetro crítico para la calidad del aerosol de la muestra. De la calidad del aerosol depende que la muestra se vaporice, atomice, ionice y se excite en el plasma. Es esencial tener un alto grado de control en este flujo de gas. Para ambos parámetros se aspiró el estándar de 1 ppm S21 + 7 A, se monitoreó el cambio de señal promedio el Mn (a 257.610nm) con respecto al cambio de flujo de nebulización. El flujo de nebulizador óptimo se estableció cuando se mostró la mayor señal de Mn y ésta permaneció constante con respecto al tiempo.

5.5.1.3- Potencia

La intensidad de las señales espectrométricas de los analitos y el ruido de fondo son dependientes de la densidad de potencia del plasma. Por tal motivo se requiere la potencia en la que se disminuya el ruido de fondo y se incremente la señal. Se varió la potencia del mismo modo que se determinó el flujo del nebulizador, se estableció el valor óptimo siguiendo el mismo criterio con la señal del Mn.

5.5.1.4- Gas auxiliar

Un flujo de Ar circula alrededor del plasma con el fin de proteger al sistema de la radiación emitida por éste. Cuando se excede disminuye la probabilidad de que existan átomos excitados; sin embargo, no es un parámetro crítico debido a que no es necesario modificarlo una vez que se establece el óptimo.

5.5.1.5- Longitud de onda

Cada elemento puede emitir fotones, incluso a miles de longitudes de onda, pero no todas tienen la misma probabilidad de ocurrir. Generalmente se usan las que recomienda el equipo, las cuales son las más probables que se detecten y que tengan la menor cantidad de interferencias, a menos que la matriz de la muestra contenga elementos interferentes a esa longitud de onda.

5.5.1.6- Barrido axial y radial

El espejo que toma la luz del plasma y la direcciona al sistema monocromador se gira con el fin de hacer un barrido axial o radial en el plasma, para encontrar la zona donde se detecte la mayor señal con el menor ruido posible. Se hace

principalmente con Mn (longitud de onda 257.610 nm) leyendo una solución de 1ppm, debido a que presenta propiedades periódicas medias, de este modo, la optimización actúa para elementos de fácil excitación como para los que requieren altas energías de ionización y excitación.

5.5.1.7- Lectura de muestras

Se indicó en el método los elementos a cuantificar y las concentraciones de los estándares. Se calibró y se analizó cada muestra. Los capilares se enjuagaron con agua desionizada entre cada muestra. Se cuantificaron los elementos que contienen los estándares S21 y 7A. Por tratarse de elementos mayoritarios, la lectura fue en modo radial para todos los elementos, 3 réplicas y longitudes de onda recomendadas por el proveedor.

5.5.1.8- Análisis espectral

Se revisó cada espectro óptico que es importante para determinar si el resultado es confiable. Se comparó el de un estándar contra los de los blancos de digestión y de calibración con el fin de detectar si la matriz generó alguna interferencia espectral.

5.6 Verificación

Se realiza para demostrar que los datos obtenidos son confiables.

5.6.1- Reproducibilidad: Grado de concordancia entre los resultados obtenidos cuando el método es aplicado a la misma muestra repetidas veces. Se expresa como la desviación estándar absoluta (SD), varianza (SD^2), desviación estándar relativa (RSD) o por ciento de desviación estándar relativa (%RSD) de los resultados obtenidos.

5.6.2- Sensibilidad: Mide la capacidad de un método para distinguir pequeñas diferencias en la concentración del analito. Factor que determina la sensibilidad es la pendiente de la curva de calibración

5.6.3- Precisión: Es el grado de concordancia entre resultados obtenidos cuando un método se aplica desde el principio y repetidamente sobre distintas porciones representativas de la muestra. Se reportó el %RSD de la concentración de las muestras leídas para cada analito.

5.6.4- Exactitud: Desviación de la medida con respecto al valor real o verdadero. Se puede medir por medio de lecturas de muestra control. Es el resultado medido entre el esperado por cien, llamados por ciento de recuperación relativo (%R). Debido a que no se contó con un estándar certificado para cerámicos antiguos se leyó como muestra el estándar de 1ppm y se calculó el % de recuperación relativo (%R).

5.6.5- Linealidad: Capacidad de un método para dar respuestas relacionadas linealmente con la concentración del analito dentro de un determinado intervalo de concentraciones. Para estimar el grado con el que los datos experimentales se ajustan a una línea recta se calcula el coeficiente de correlación. Un valor de 1 corresponde a un ajuste perfecto a una línea recta, un valor de cero implica que no hay correlación lineal entre las respuestas y la concentración. El programa de cómputo calcula el resultado del coeficiente de correlación para cada curva de calibración.

5.6.6- Límite de detección (LOD): Señal mínima detectable por el equipo que se distingue claramente del ruido de fondo. Se obtiene de acuerdo a la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC):

$$\text{LOD} = 3.3 * \text{SD}$$

Ecuación 4.- Cálculo del límite de detección

SD: es la desviación estándar de la concentración y 3.3 es un valor constante.

5.6.8- Límite de cuantificación (LOQ): Es la concentración mínima detectable por el método. Se obtiene también mediante múltiplos de la desviación estándar (SD).

$$\text{LOD} = 10\text{SD}$$

Ecuación 5.- Cálculo del límite de cuantificación

Se leyó el blanco de calibración usado para el análisis. El programa de cómputo proporciona la SD de la concentración. Se multiplicó la SD de la concentración por 3.3 y por 10 para calcular el LOD y el LOQ respectivamente.

6- Resultados

6.1- Resultados ICP-OES



Figura 6.1- Plasma ICP-OES, laboratorio 208 del Departamento de Metalurgia, Facultad de Química, UNAM.

Los resultados de la concentración de los elementos a nivel traza, minoritarios y mayoritarios fueron detectados por medio del ICP-OES, del periodo **Patlachique** que constan de 6 muestras. Se presentan de manera condensada en las siguientes figuras 6.2 y 6.3.

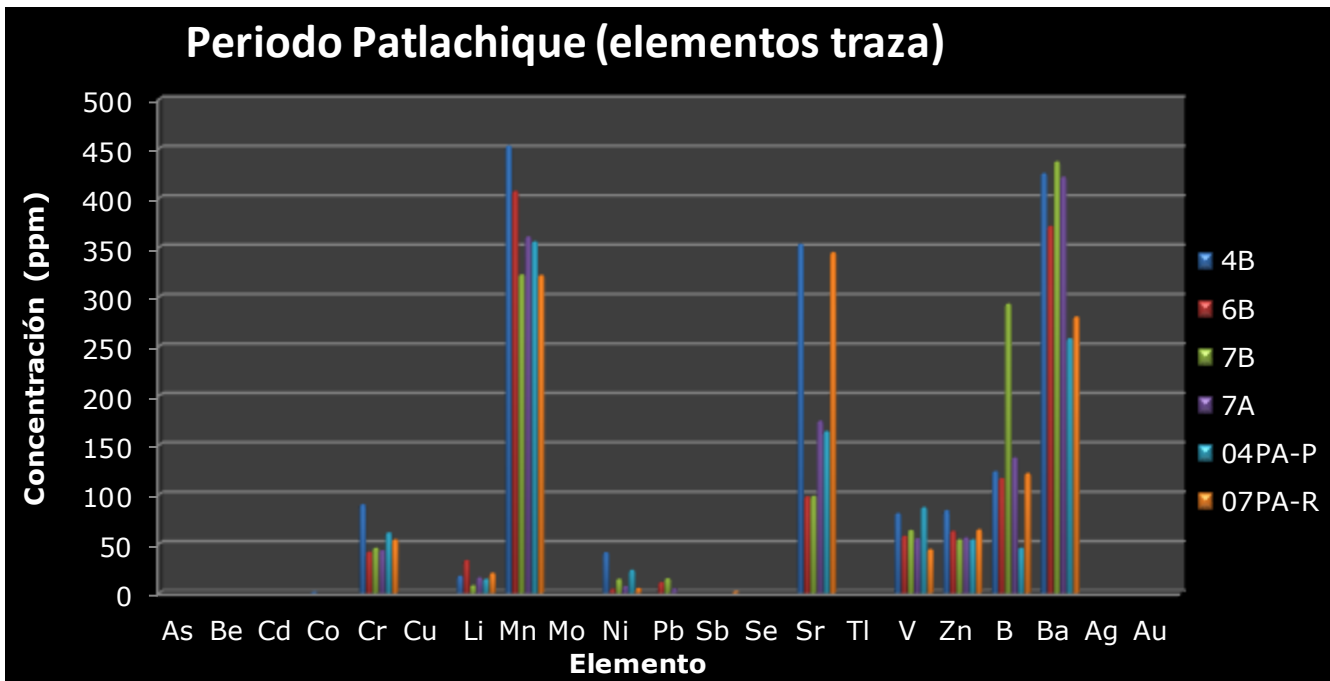


Figura 6.2- Concentración de elementos encontrados en la colección del periodo **Patlachique** 150 a.C. – 1 d. C.

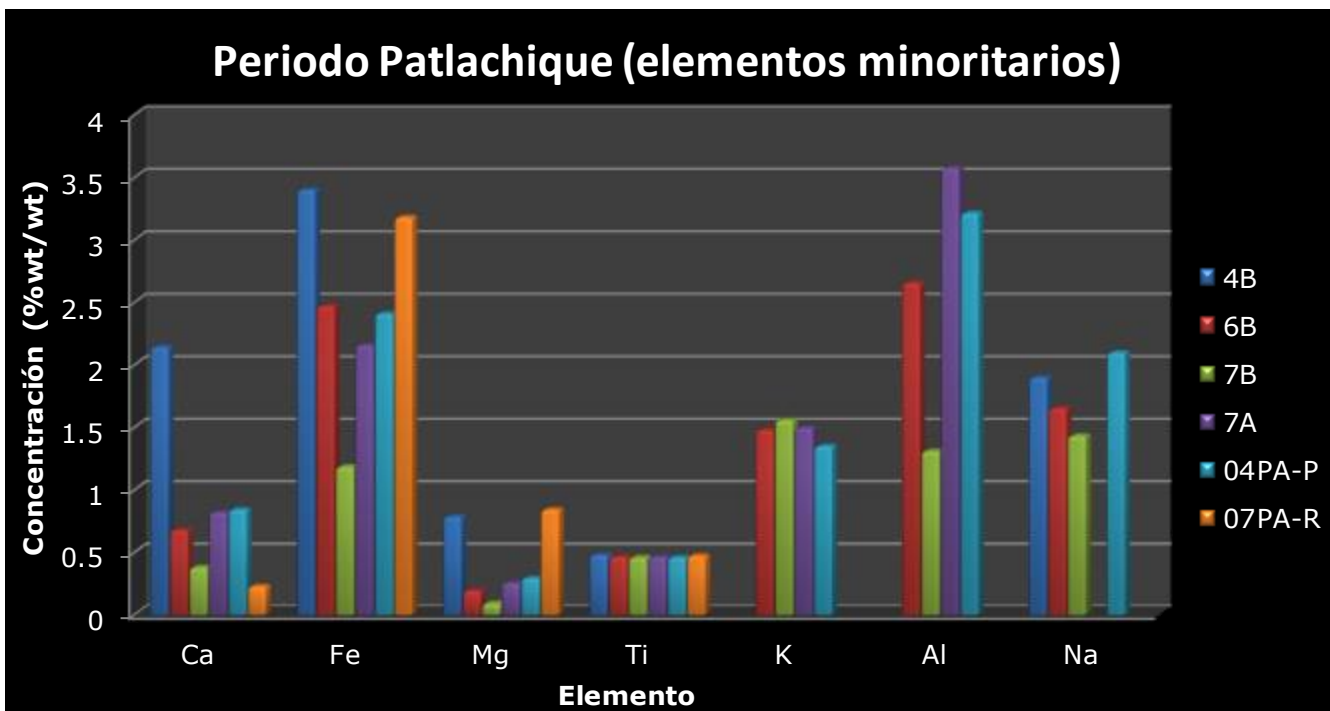


Figura 6.2- Concentración de elementos encontrados en la colección del periodo **Patlachique** 150 a.C. – 1 d.C.

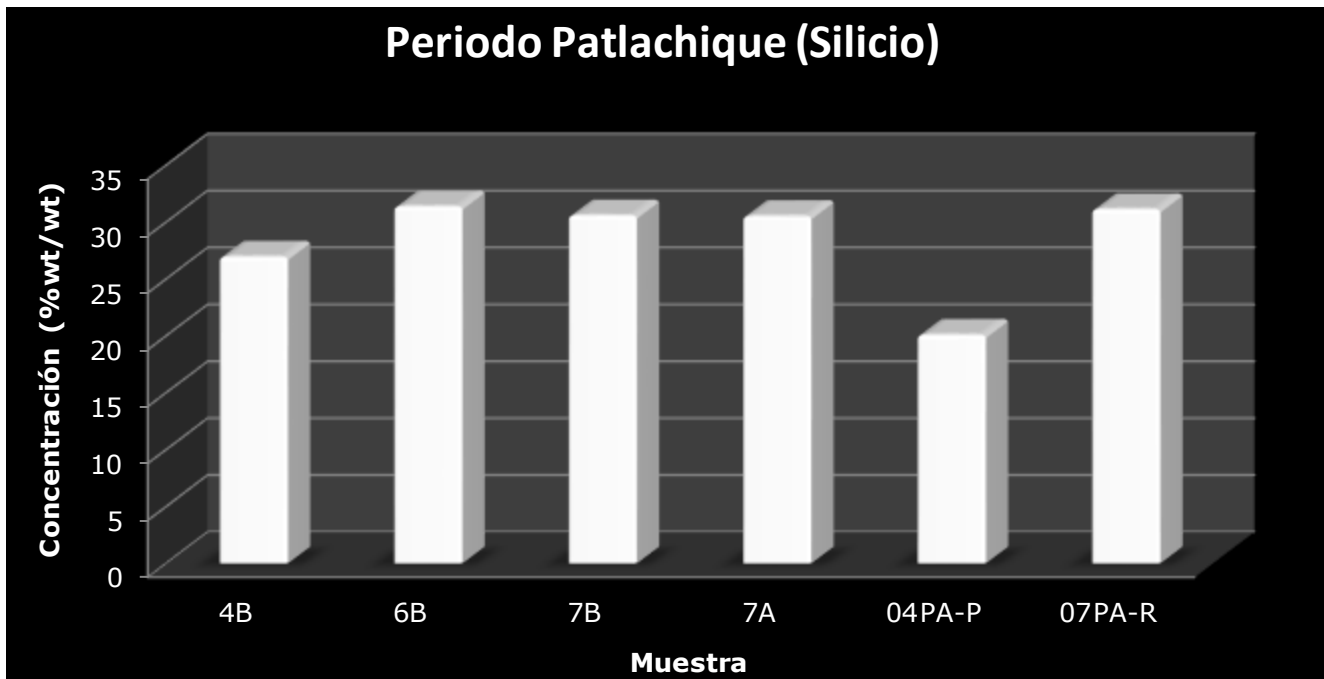


Figura 6.3- Concentración del silicio (elemento mayoritario) para la colección del periodo **Patlachique** 150 a.C. – 1 d.C.

De acuerdo con los resultados obtenidos con la técnica de análisis químico se puede observar que los elementos traza están por debajo de 1000 ppm, los elementos minoritarios que están por encima del 5% y el elemento mayoritario fue el Si.

En la tabla 6.1 los resultados se muestran de manera condensada obtenidas del periodo **Patlachique**.

Concentración	Elementos
Elementos traza hasta 1000ppm	Co, Cr, Li, Mn, Ni, Pb, Sb, Sr, V, Zn, B, Ba.
Elementos minoritarios	Ca, Fe, Mg, Ti, K, Al, Na.
Elemento mayoritario	Si
Elementos por debajo del límite de detección	As, Be, Cd, Cu, Mo, Se, Tl, Ag, Au.

Tabla 6.1- Resumen de elementos obtenidos del análisis con ICP del periodo **Patlachique**.

Lo mismo se realizó para las muestras del periodo **Tzacualli** (10 muestras), y los resultados se presentan en las figuras 6.4 al 6.6.

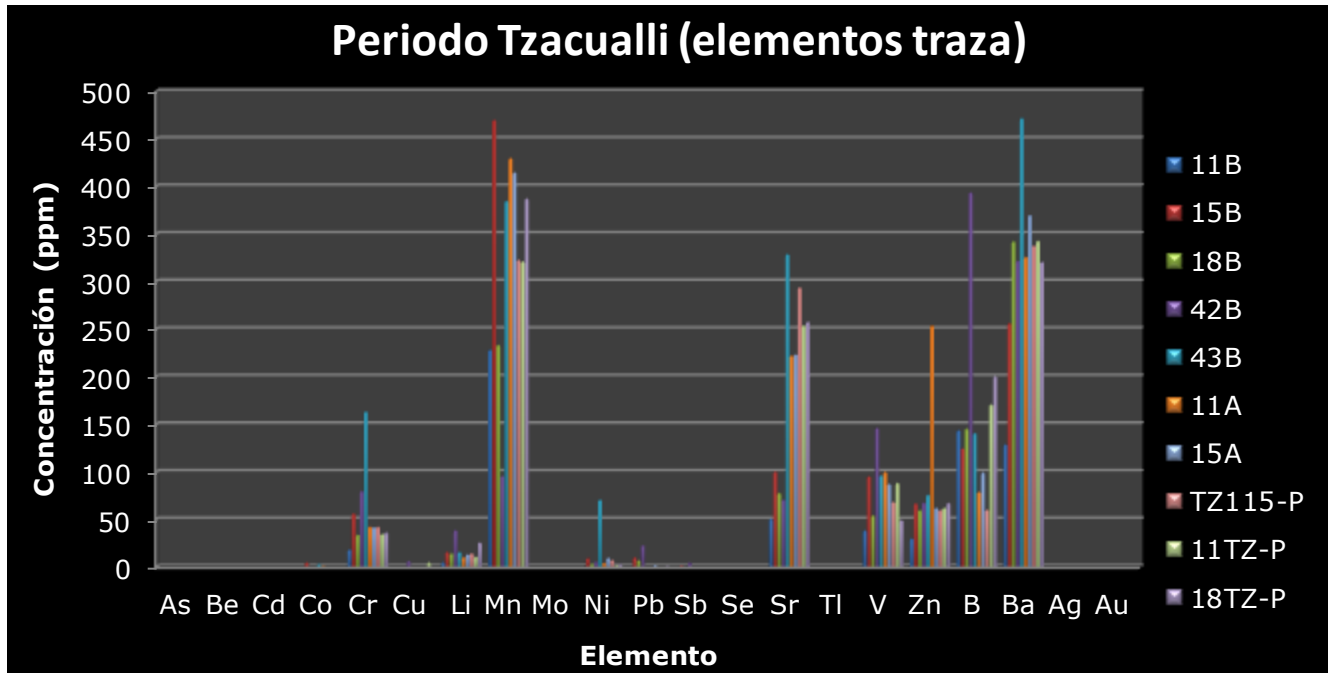


Figura 6.4- Concentración de elementos encontrados en la colección del periodo **Tzacualli** 1 a.C. – 150 d.C.

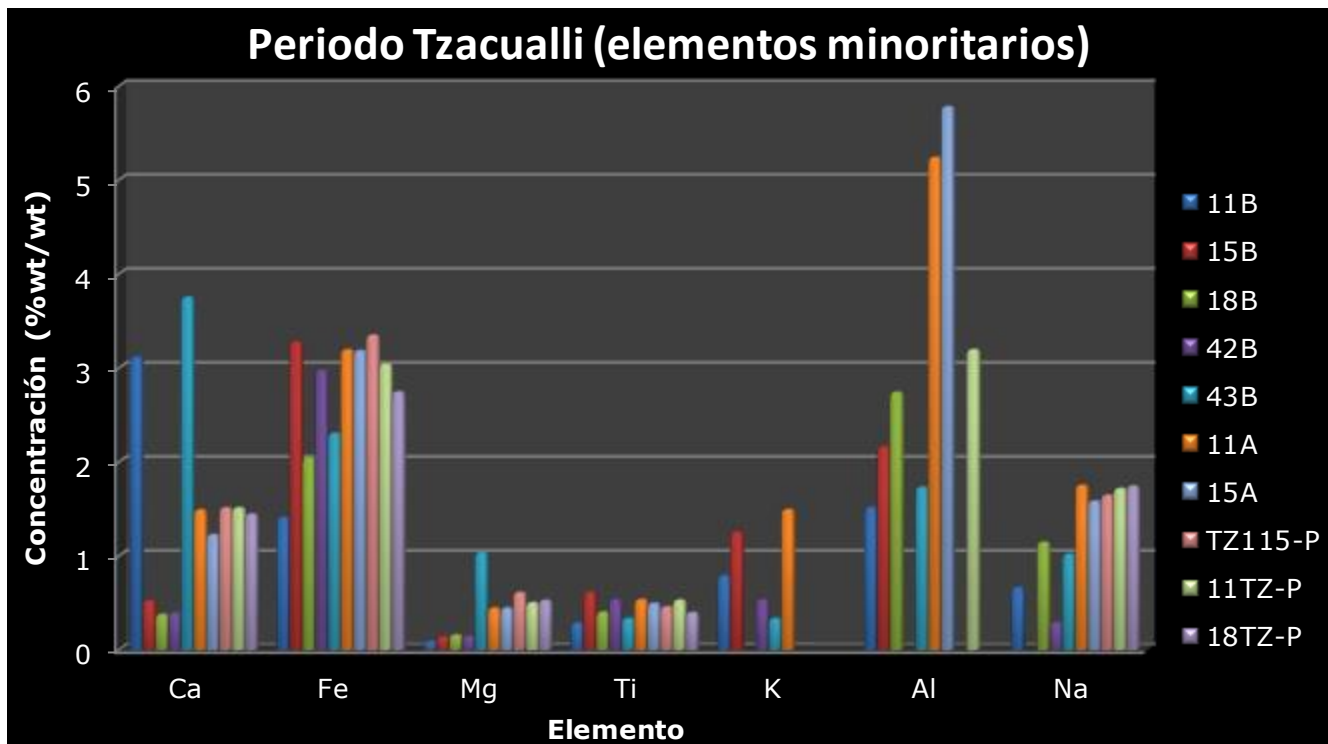


Figura 6.5- Concentración de elementos de la colección del periodo **Tzacualli** 1 a.C. – 150 d.C.

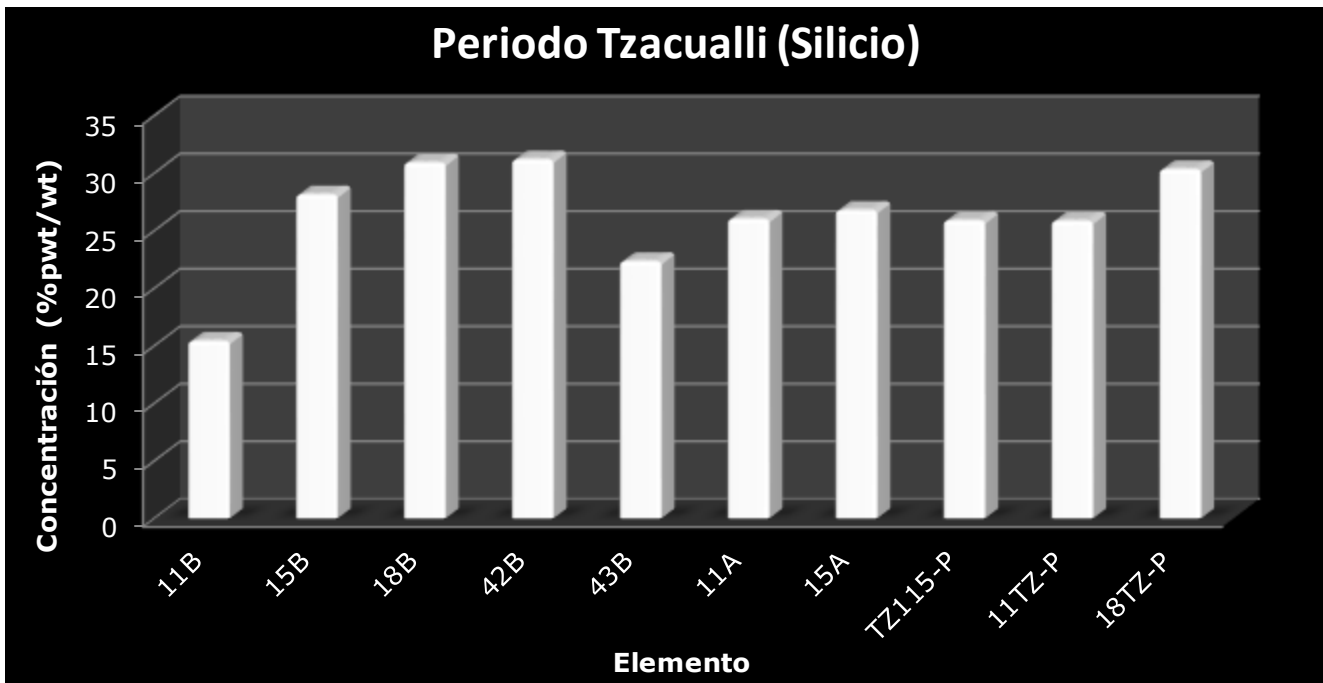


Figura 6.6- Concentración de elementos de la colección del periodo **Tzacualli** 1 a.C. – 150 d.C.

Se muestran de manera condensada en la tabla 6.2 los resultados del periodo **Tzacualli**.

Concentración	Elementos
Elementos traza hasta 1000ppm	Co, Cr, Li, Mn, Ni, Pb, Sb, Sr, V, Zn, B, Ba.
Elementos minoritarios	Ca, Fe, Mg, Ti, k, Al, Na.
Elemento mayoritario	Si
Elementos por debajo del límite de detección	As, Be, Cd, Cu, Mo, Se, Tl, Ag, Au.

Tabla 6.2- Resumen de elementos obtenidos del análisis con ICP del periodo **Tzacualli**.

A continuación, se muestran los resultados de las muestras correspondientes al periodo **Miccoatli**, figuras 6.7 al 6.9.

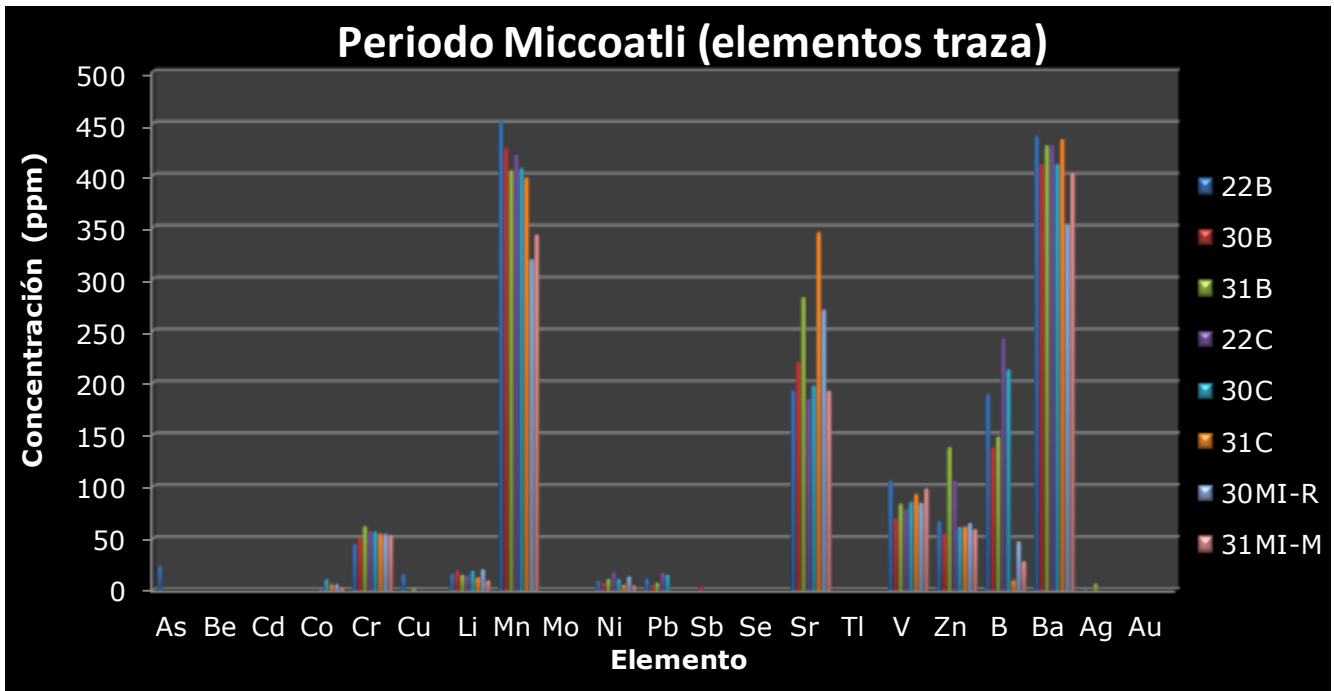


Figura 6.7- Concentración de elementos de la colección perteneciente al periodo **Miccoatli** 150 d.C. – 200 d.C.

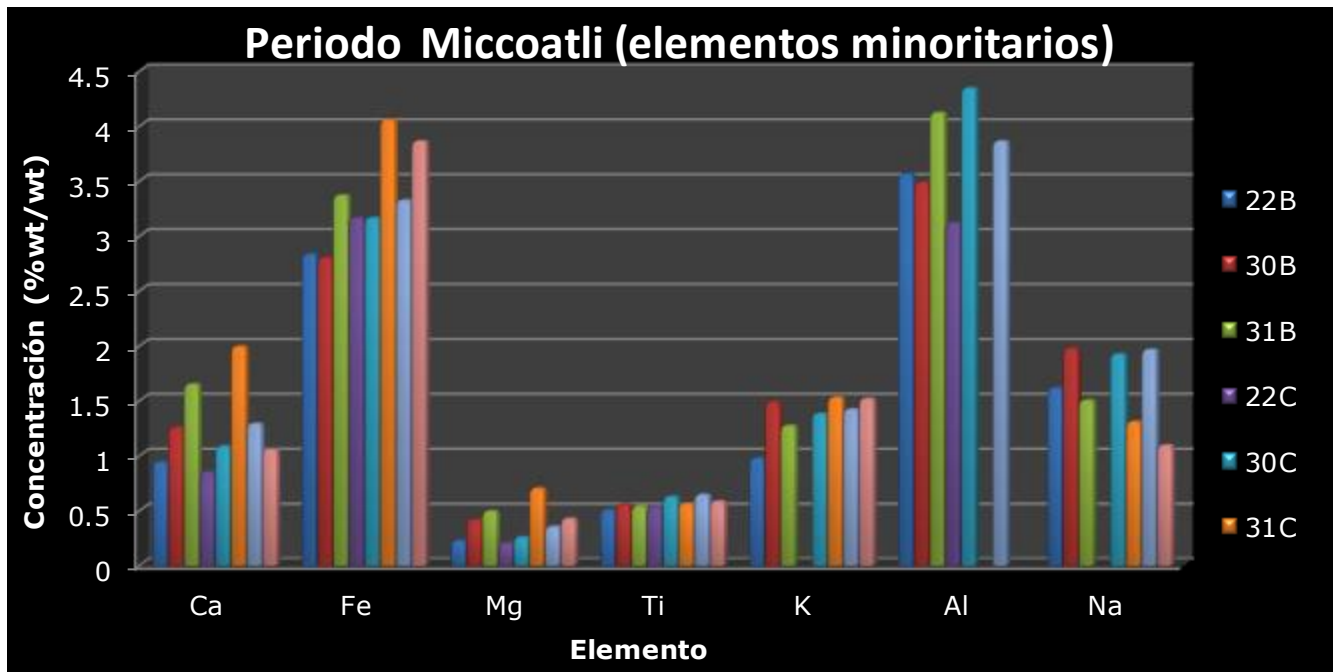


Figura 6.8- Concentración de elementos de la colección periodo **Miccoatli** 150 d.C. – 200 d.C.

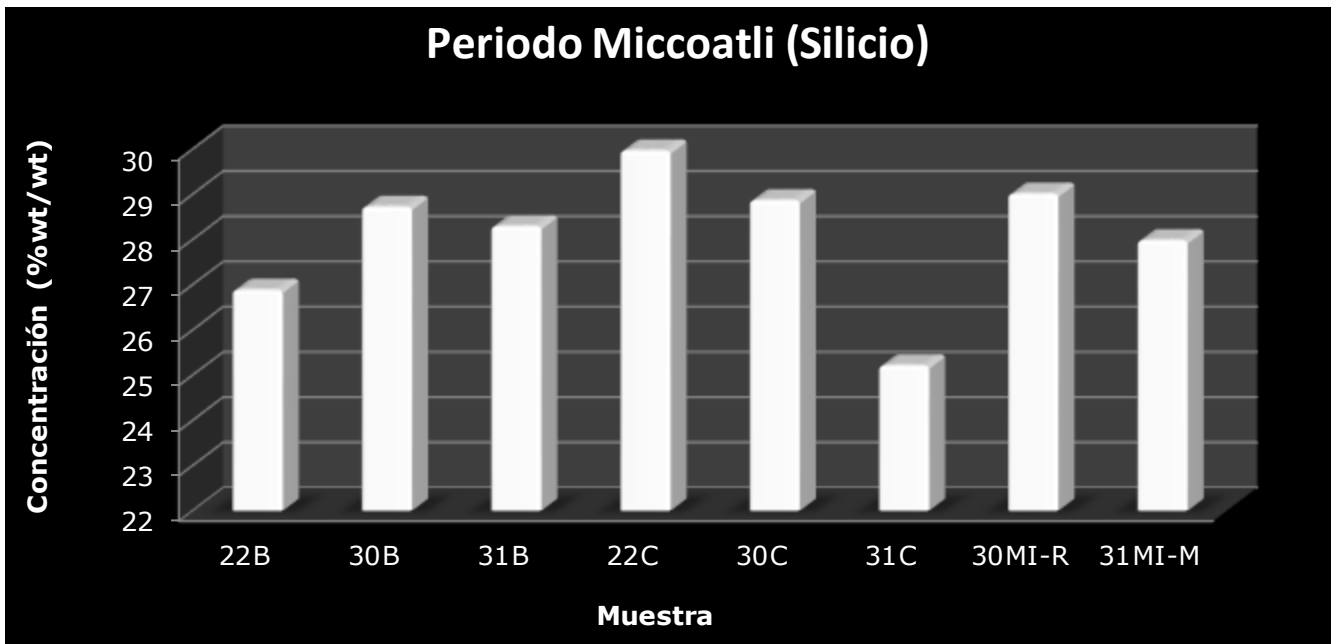


Figura 6.9- Concentración de elementos de la colección del periodo **Miccoatli** 150 d.C. – 200 d.C.

En la tabla 6.3 se muestran de manera condensada los resultados del periodo **Miccoatli**, donde se observa que no hay presencia de tierras raras.

Concentración	Elementos
Elementos traza hasta 1000ppm	As, Co, Cr, Li, Mn, Ni, Pb, Sb, Sr, V, Zn, B, Ba.
Elementos minoritarios	Ca, Fe, Mg, Ti, K, Al, Na.
Elemento mayoritario	Si
Elementos por debajo del límite de detección	Be, Cd, Cu, Mo, Se, Tl, Ag, Au.

Tabla 6.3- Resumen de elementos obtenidos del análisis con ICP del periodo **Miccoatli**.

Los resultados de la concentración de los elementos a nivel traza, minoritarios y mayoritarios se presentan a continuación del periodo **Tlalmimilolpa** que constan de 8 muestras, figura 6.10 al 6.12.

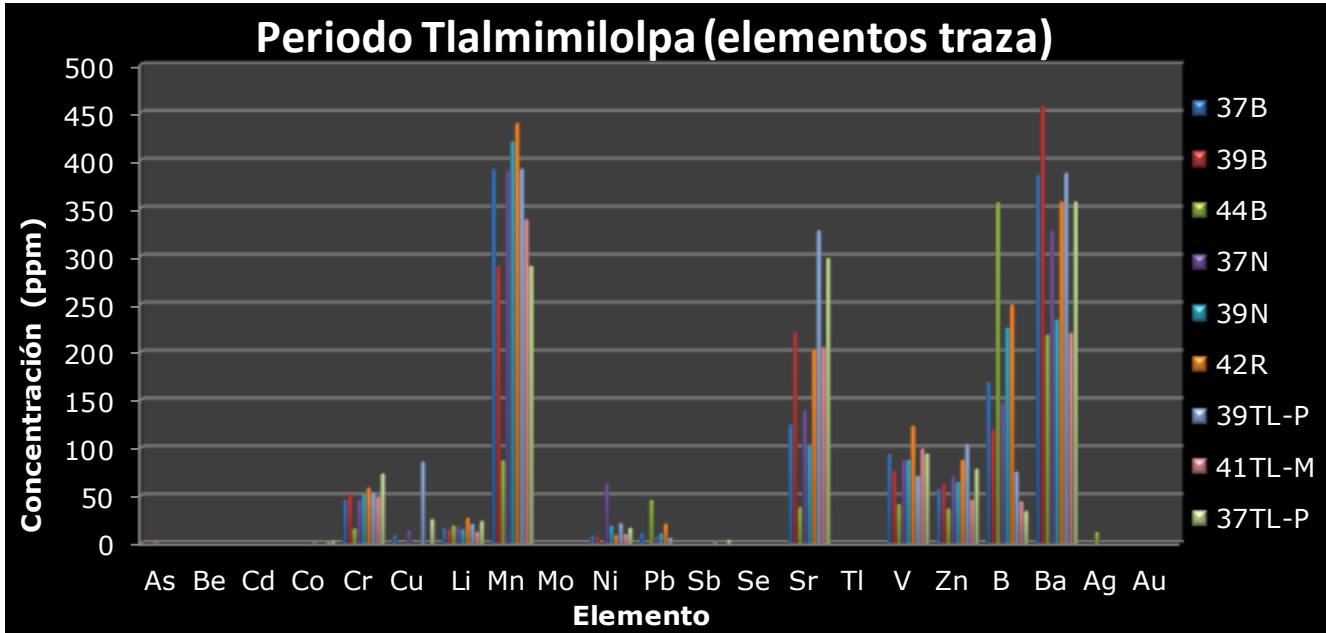


Figura 6.10- Concentración de elementos de la colección del periodo **Tlalmimilolpa** 150 d.C. – 200 d.C.

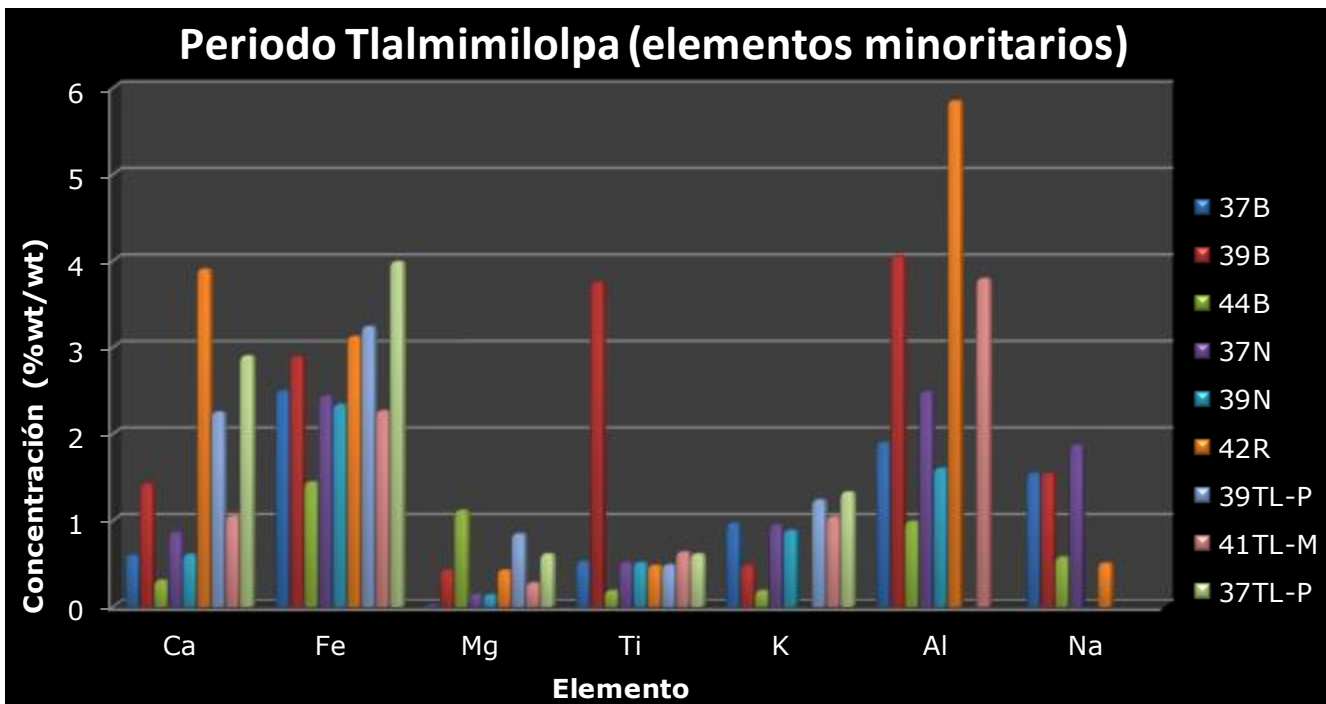


Figura 6.11- Concentración de elementos de la colección del periodo **Tlalmimilolpa** 150 d.C. – 200 d.C.

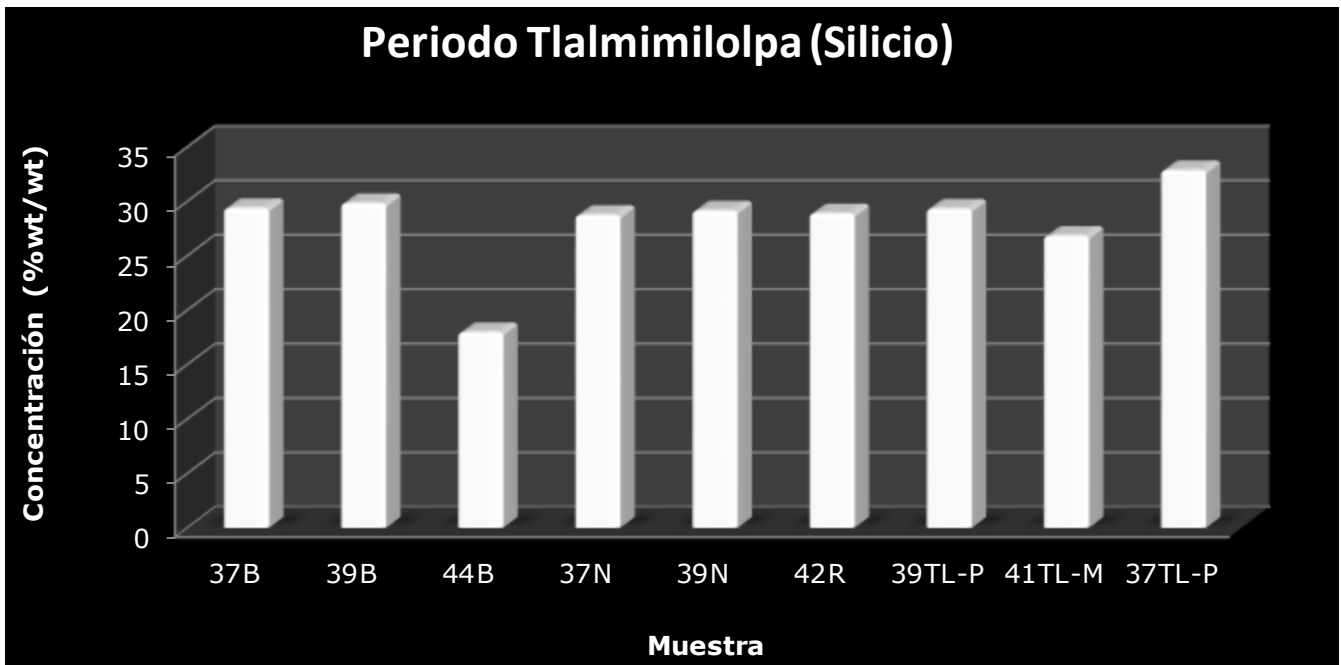


Figura 6.12- Concentración de elementos de la colección del periodo **Tlalmimilolpa** 150 d.C. – 200 d.C.

En la tabla 6.4 se presentan los resultados del periodo **Tlalmimilolpa**, en forma resumida.

Concentración	Elementos
Elementos traza hasta 1000ppm	As, Co, Cr, Li, Mn, Ni, Pb, Sb, Sr, V, Zn, B, Ba.
Elementos minoritarios	Ca, Fe, Mg, Ti, K, Al, Na.
Elemento mayoritario	Si
Elementos por debajo del límite de detección	Be, Cd, Cu, Mo, Se, Tl, Ag, Au.

Tabla 6.4- Resumen de elementos obtenidos del análisis con ICP del periodo **Tlalmimilolpa**.

A continuación, se presentan todos los resultados para las muestras de los 4 periodos **Patlachique, Tzacualli, Micoatli y Tlalmimilopa**, un total de 41 muestras.

Elementos traza	Concentración (ppm)			
	Patlachique	Tzacualli	Micoatli	Tlalmimilopa
As	< LD	< LD	< LD -23.5	< LD - 0.5
Be	< LD	< LD	< LD	< LD
Cd	< LD	< LD	< LD	< LD
Co	< LD - 1	0.5 - 5	< LD - 10.5	1.5 -3
Cr	42 - 92	18.5 - 80	45 - 62	16 - 73
Cu	< LD	5 - 6.5	1.5 - 16	9 - 85.5
Li	33.5 - 8	5.1 - 39	9.5 - 20.5	12.5 - 23.5
Mn	322 - 453	96 - 470	319 - 452	87 - 439
Mo	< LD	< LD	< LD	< LD
Ni	4 - 41.5	1.5 - 10	4.5 - 17.5	7 - 21.5
Pb	4.5 - 15	0.5 - 23	5 - 17.5	6 - 45.5
Sb	< LD - 1.5	1.1 - 5	< LD - 4	< LD - 4
Se	< LD	< LD	< LD	< LD
Sr	98 - 353	51 - 258	184.5 - 345	38 - 327
Tl	< LD	< LD	< LD	< LD
V	44.5 - 87	38.5 - 146.5	69.5 - 106	71 - 99
Zn	54.5 - 84	30 - 25.4	55 - 138	46 - 87.5
B	46 - 293	60.5 - 200.5	10 - 243	34 - 356
Ba	258 - 437	129 - 472	352 - 438	220 - 457
Ag	< LD	< LD	< LD - 6.5	< LD - 12
Au	< LD	< LD	< LD	< LD

Tabla 6.5- Concentración de elementos a nivel traza de las muestras arqueológicas.

* <LD= menor al límite de detección

Elementos minoritarios	Concentración (%pp)			
	Patlachique	Tzacualli	Miccoatli	Tlalmimilopa
Ca	0.2- 2.1	0.5 - 3.2	0.9 - 1.9	0.3 - 3.8
Fe	1.2- 3.4	1.4 - 3.3	2.8 - 4	1.4 - 3.9
Mg	0.1- 0.8	0.1 - 1.1	0.2 - 0.7	0.4 -1.1
Ti	0.4 - 0.5	0.3 - 0.6	0.5 - 0.6	0.1 - 3.7
K	< LD - 1.5	< LD -1.5	< LD - 1.5	< LD - 1.3
Al	< LD - 3.5	< LD - 5.7	< LD - 4	< LD - 5.8
Na	< LD - 2	< LD - 1.7	< LD - 1.9	< LD - 1.8
elemento mayoritario	Patlachique (%pp)	Tzacualli (%pp)	Miccoatli (%pp)	Tlalmimilopa (%pp)
Si	20.2 - 31.4	14 - 31.2	25.2 - 30	18 - 32.8

Tabla 6.5- Concentración de elementos minoritarios de las muestras arqueológicas
 *<LD= menor al límite de detección

Las concentraciones de los elementos detectados por medio del ICP-OES son condensados en las siguientes figuras 6.14 al 6.16 de acuerdo a los elementos presentes de la colección 06PA-P del periodo **Patlachique** que consta de un muestreo de la misma pieza cerámica en diferentes puntos de la superficie, la pasta y el interior de la pieza arqueológica.

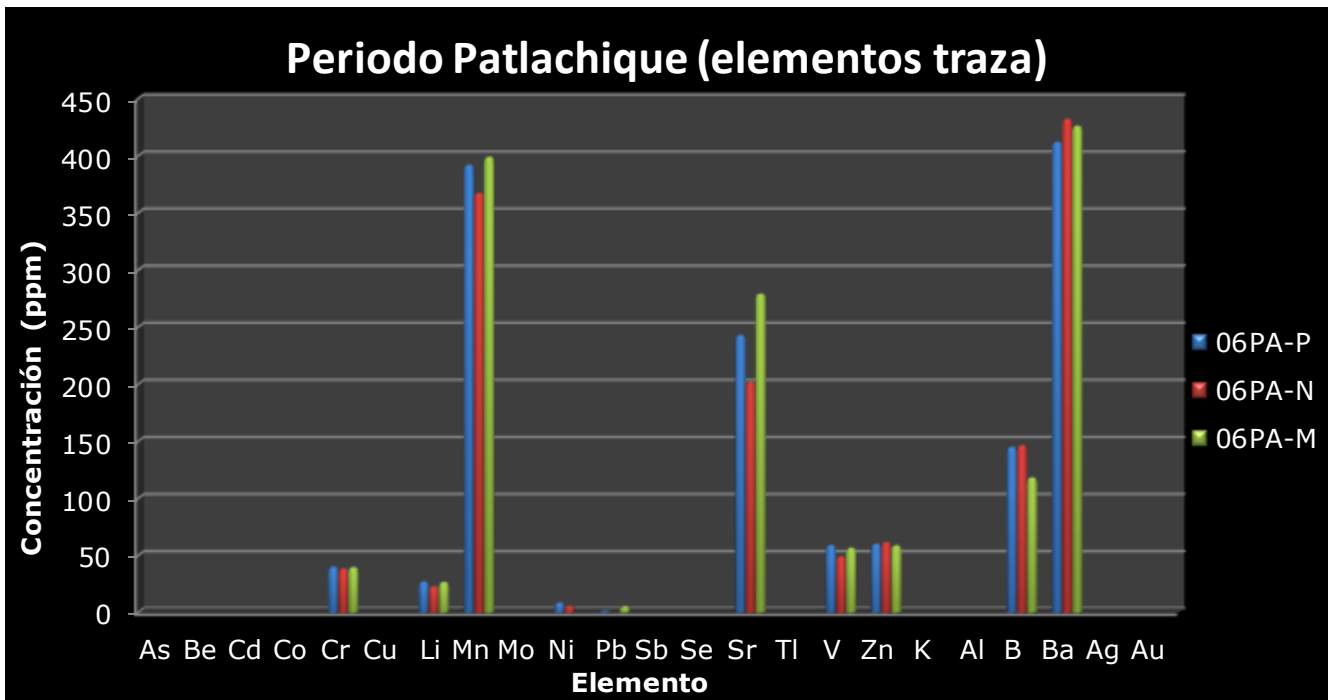


Figura 6.14- Concentración de elementos de la colección del periodo **Patlachique** 06PA.

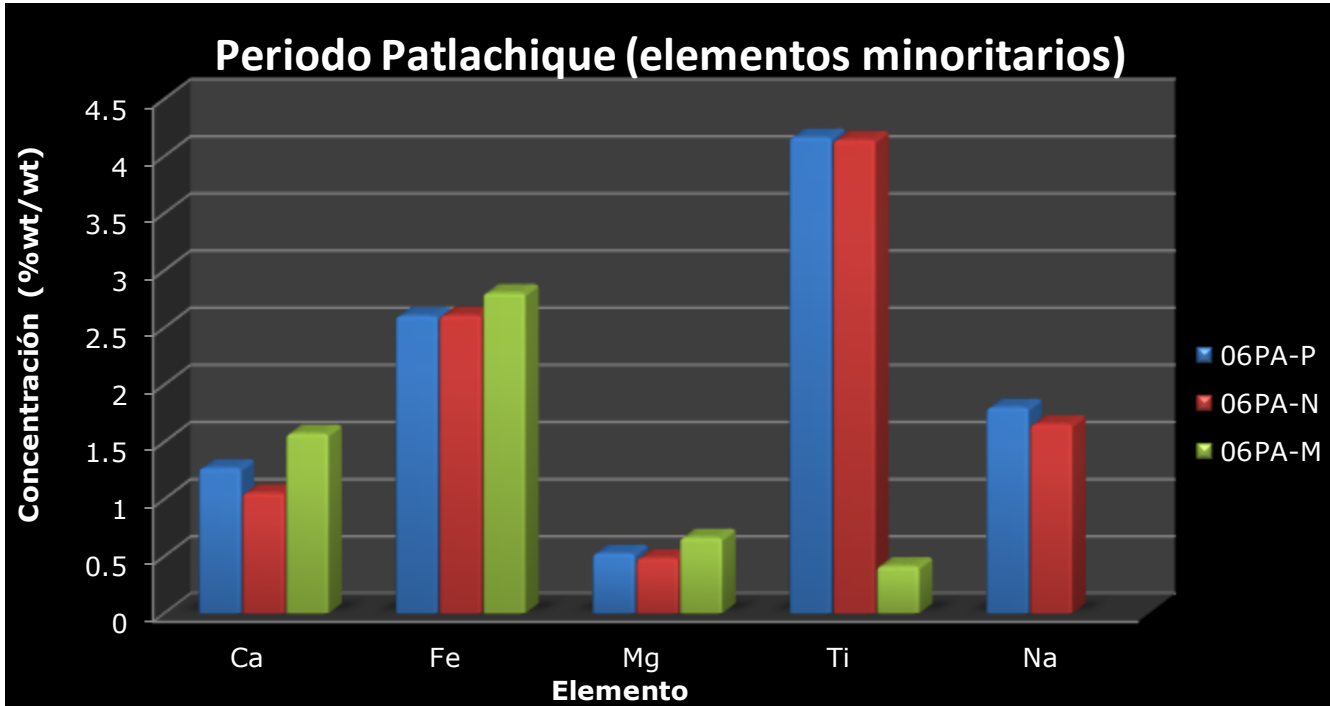


Figura 6.15- Concentración de elementos de la colección 06PA, periodo **Patlachique**.

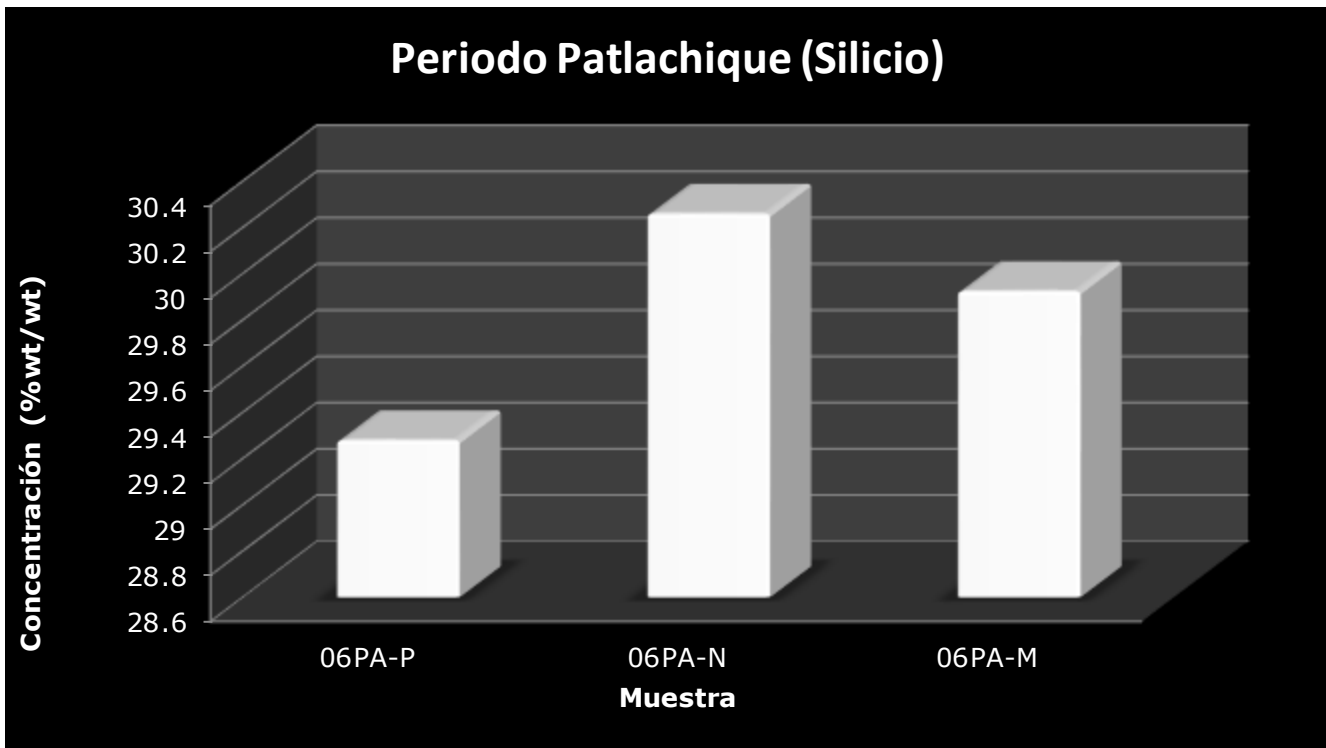


Figura 6.16- Concentración de elementos de la colección 06PA, periodo **Patlachique**.

Concentración	Elementos
Elementos traza hasta 1000ppm	Co, Cr, Li, Mn, Ni, Pb, Sb, Sr, V, Zn, B, Ba.
Elementos minoritarios	Ca, Fe, Mg, Ti, K, Al, Na.
Elemento mayoritario	Si
Elementos por debajo del límite de detección	As, Be, Cd, Cu, Mo, Se, Tl, Ag, Au.

Tabla 6.5 - Resumen de elementos obtenidos del periodo **Patlachique**, muestra 06PA

Las concentraciones de los elementos se presentan en las figuras 6.17 y 6.18 para las dos muestras de cerámico pertenecientes a los periodos **Tlalmimilolpa** y **Tzacualli**. Se proporcionó la colección foránea, confirmando que no fueron fabricadas en Teotihuacan debido al estilo de la alfarería. El análisis no permite confirmar el origen de la arcilla utilizada.

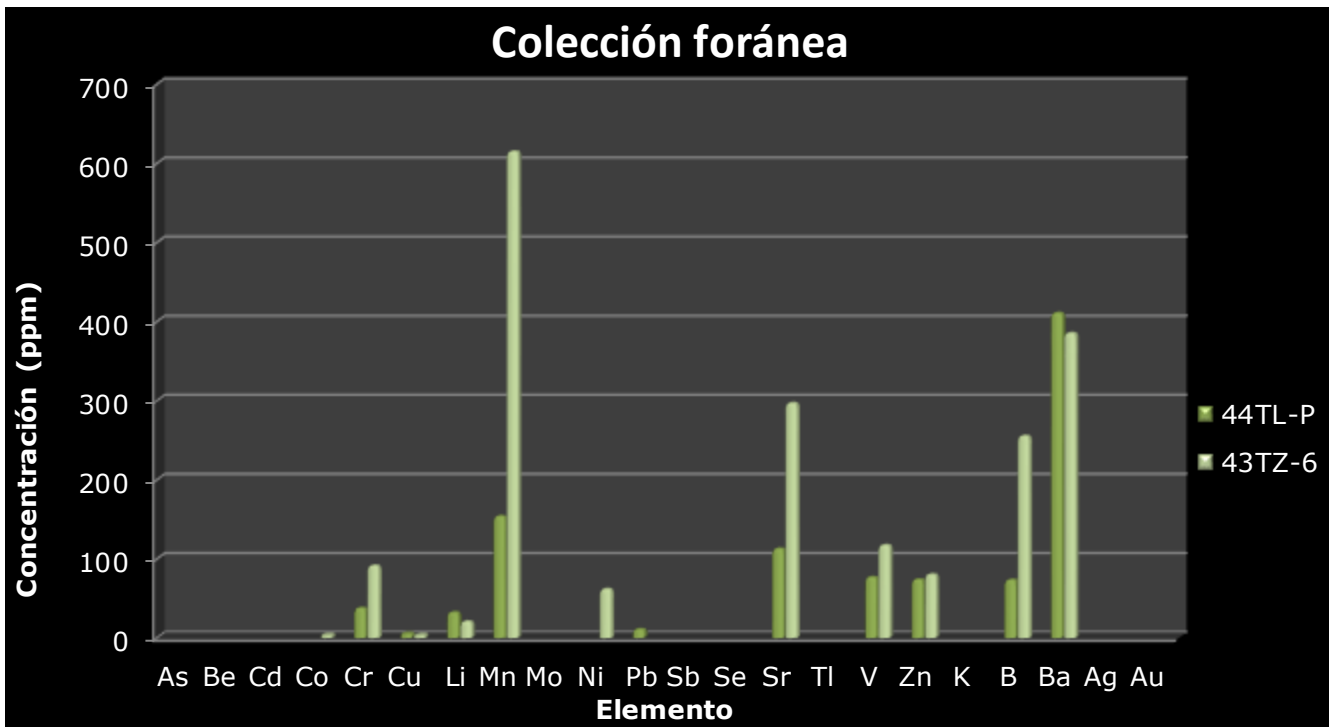


Figura 6.17- Concentración de elementos de la colección foránea, periodos **Tlalmimilolpa** y **Tzacualli**.

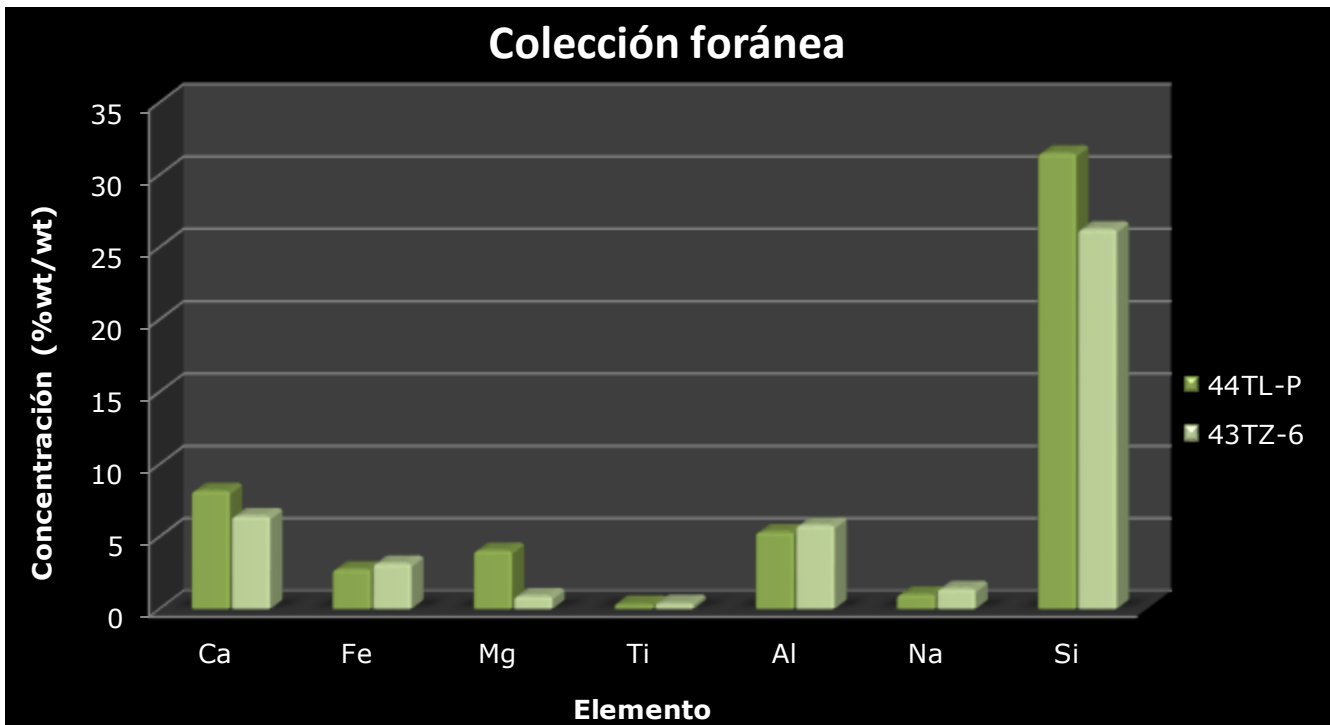


Figura 6.18- Concentración de elementos de la colección foránea, periodos **Patlachique** y **Tzacualli**.

Los resultados de la colección foránea presenta todos los elementos encontrados y se puede observar que existe una similitud en el perfil de concentraciones.

Concentración	Elementos
Elementos traza hasta 1000ppm	Co, Cr, Li, Mn, Ni, Pb, Sb, Sr, V, Zn, B, Ba.
Elementos minoritarios	Ca, Fe, Mg, Ti, K, Al, Na.
Elemento mayoritario	Si
Elementos por debajo del límite de detección	As, Be, Cd, Cu, Mo, Se, Tl, Ag, Au.

Tabla 6.6- Resumen de elementos obtenidos de la colección foráneas constituida por dos muestras 44TL-P y 43TZ-6

Se presentan los gráficos de los elementos Cr, Li, Mn, Sr, V, Zn, B y Ba para dos muestras del periodo **Tzacualli** y **Patlachique** para así evaluarla reproducibilidad.

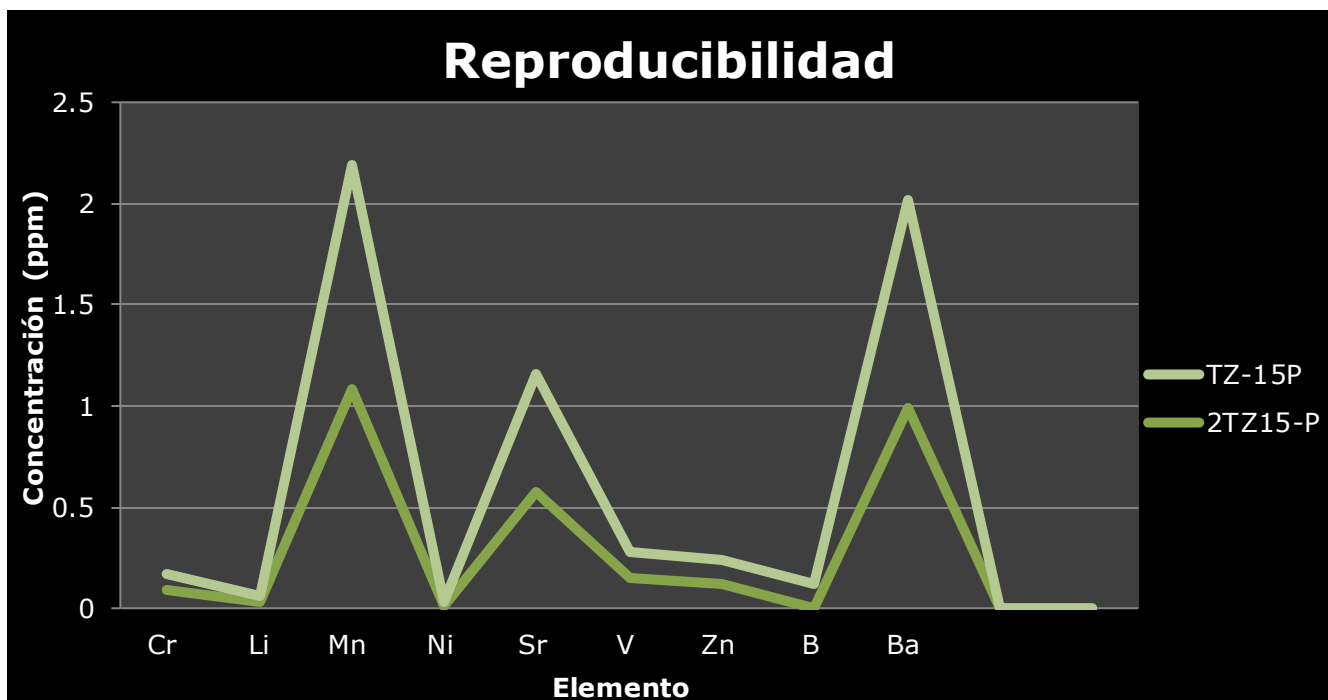


Figura 6.19- Reproducibilidad muestra 41TL-M.

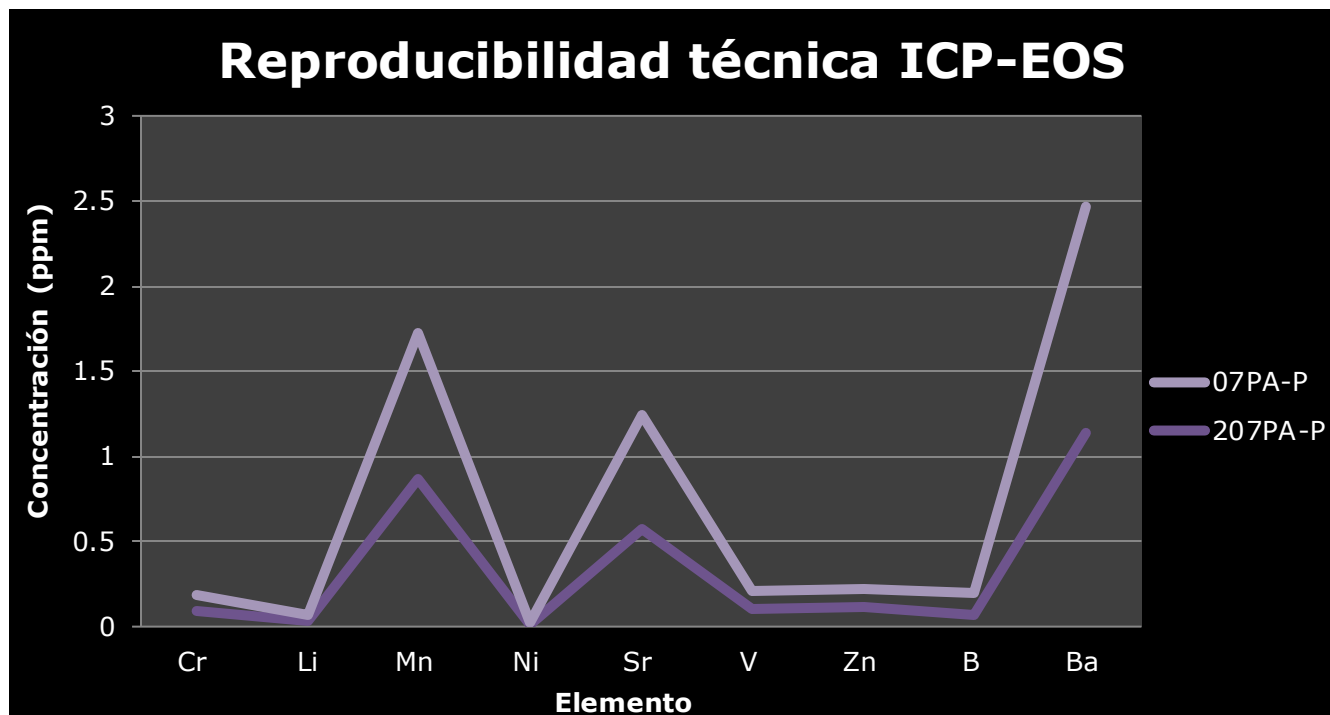


Figura 6.20- Reproducibilidad muestra 41TL-M.

6.2– Resultados Fluorescencia de Rayos X

Para confirmar los resultados se realizó un estudio por (FRX) espectrometría de fluorescencia de rayos X. Se llevó a cabo en el Instituto de Geología de la UNAM.



Figura 6.2.1- Espectrómetro de fluorescencia de rayos X, laboratorio del instituto de Geología UNAM.

Las pruebas realizadas en el laboratorio confirmaron otros elementos que se encuentran por debajo de él límite de detección ya que la matriz es muy compleja y se tiene presencia de silicatos y óxidos. La técnica comienza con la calibración del equipo con un stock de estándares de arcilla certificados utilizados para encontrar la linealidad del programa, y un blanco de SiO y SiO₂

La precisión y reproducibilidad del análisis de FRX es muy alto; sin importar si se cuenta con una colección de patrones, aunque si éstos se utilizan los resultados obtenidos son mucho más Los resultados se obtienen en pocos minutos, en el momento de la lectura.

La concentración de los elementos a nivel traza y minoritarios determinados a partir de FRX se presentan en las figuras 6.2.2 y 6.2.3 y de la colección del periodo **Patlachique** que consta de 6 muestras.

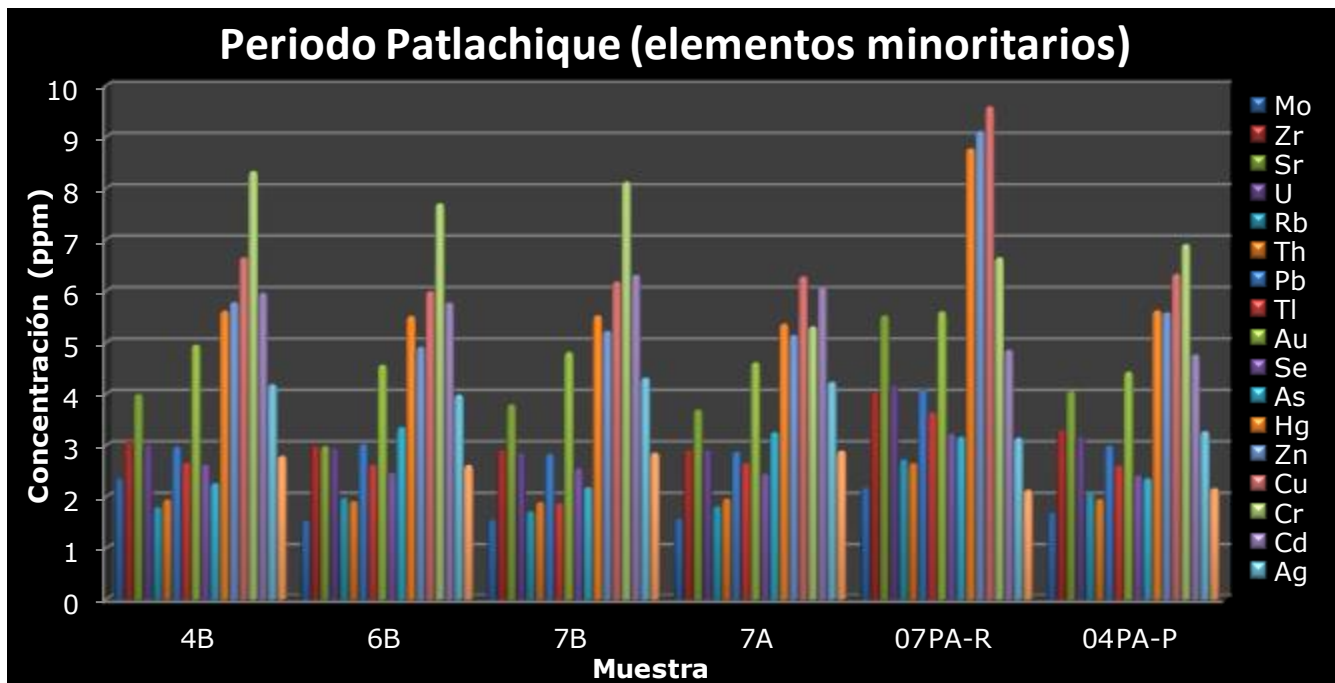


Figura 6.2.2- Concentración de elementos de la colección del periodo **Patlachique**.

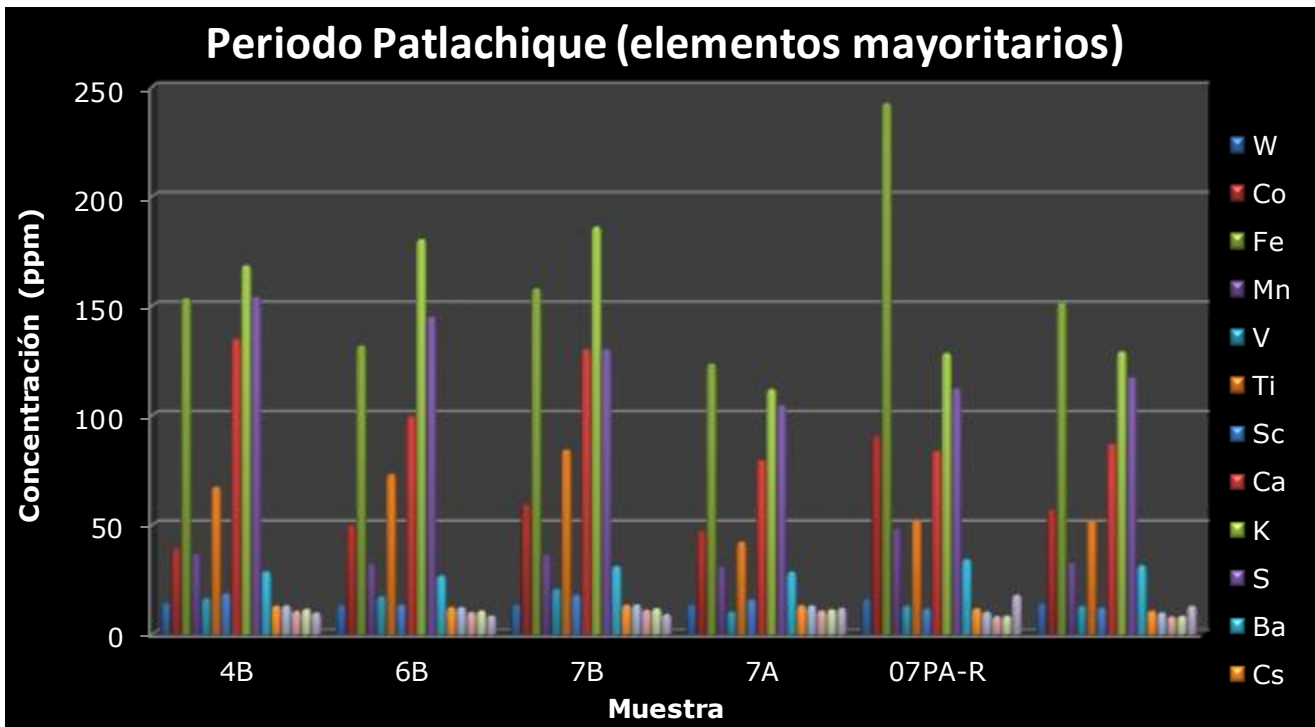


Figura 6.2.3- Concentración de elementos de la colección del periodo Patlachique.

Concentración	Elementos
Minoritarios menor a 10ppm	Mo, Zr, Sr, U, Rb, Th, Pb, Tl, Au, Se, As, Hg, Zn, Cu, Cr, Cd, Ag, Pd
Mayoritarios hasta 250ppm	W, Co, Fe, Mn, V, Ti, Sc, Ca, k, S, Ba, Cs, Te, Sb, Sn, Ni

Tabla 6.2.1- Resumen de elementos obtenidos del análisis con FRX del periodo Patlachique.

Los elementos detectados se presentan en las figuras 6.2.4 al 6.2.6 del periodo Tzacualli que consta de 10 muestras.

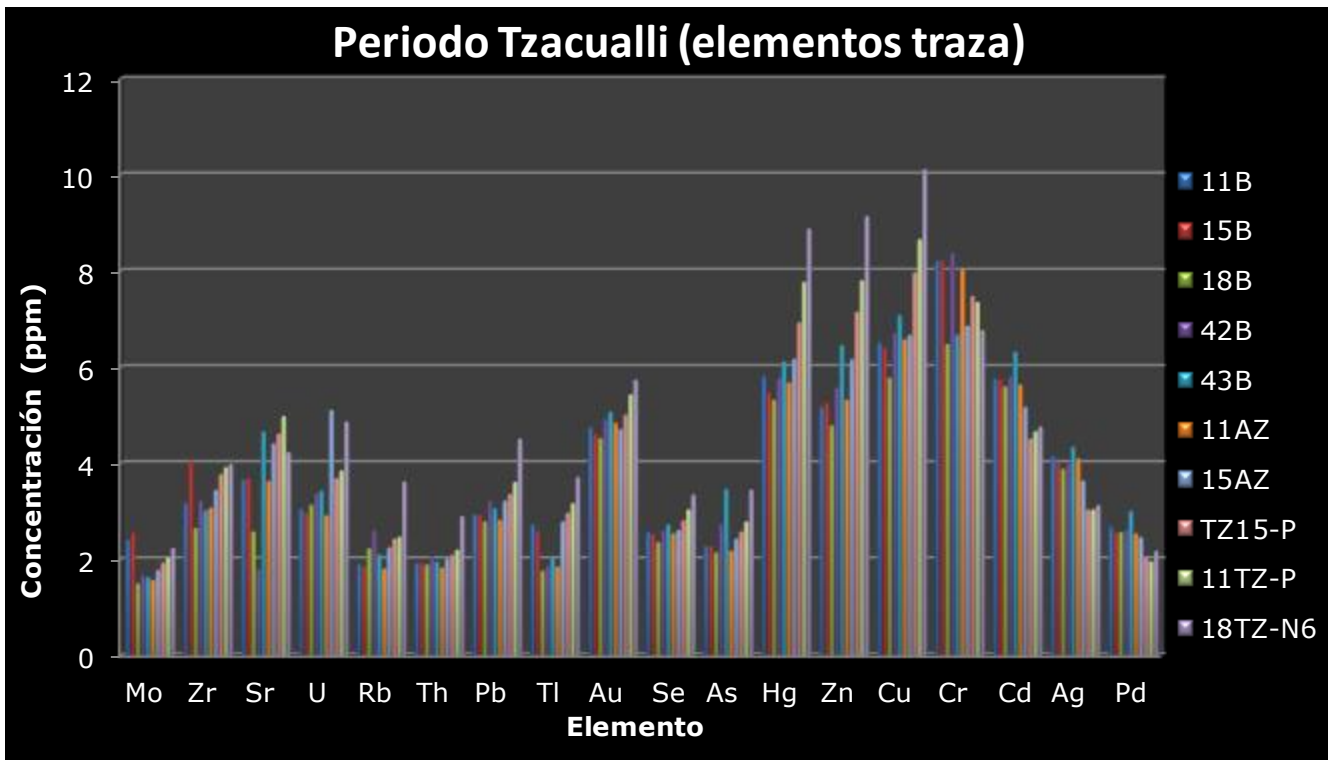


Figura 6.4- Concentración de elementos del periodo **Tzacualli**.

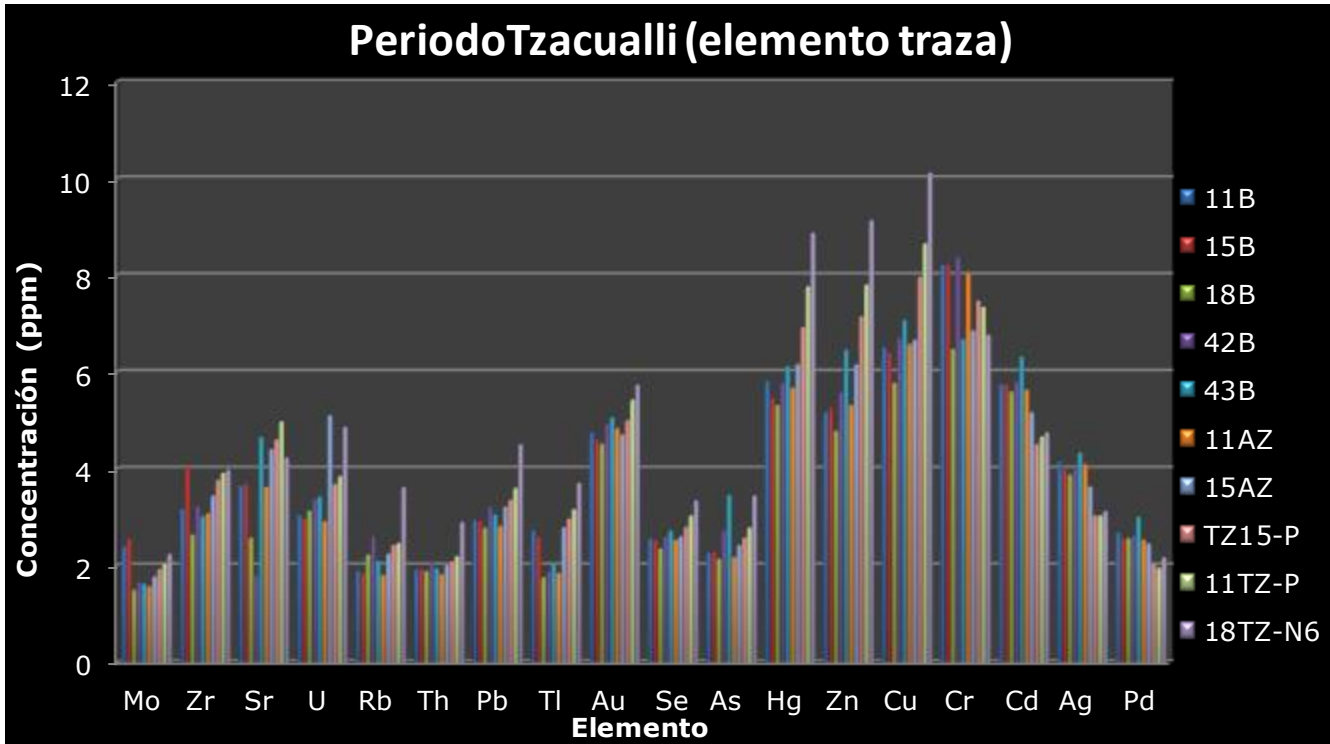


Figura 6.5- Concentración de elementos del periodo **Tzacualli**.

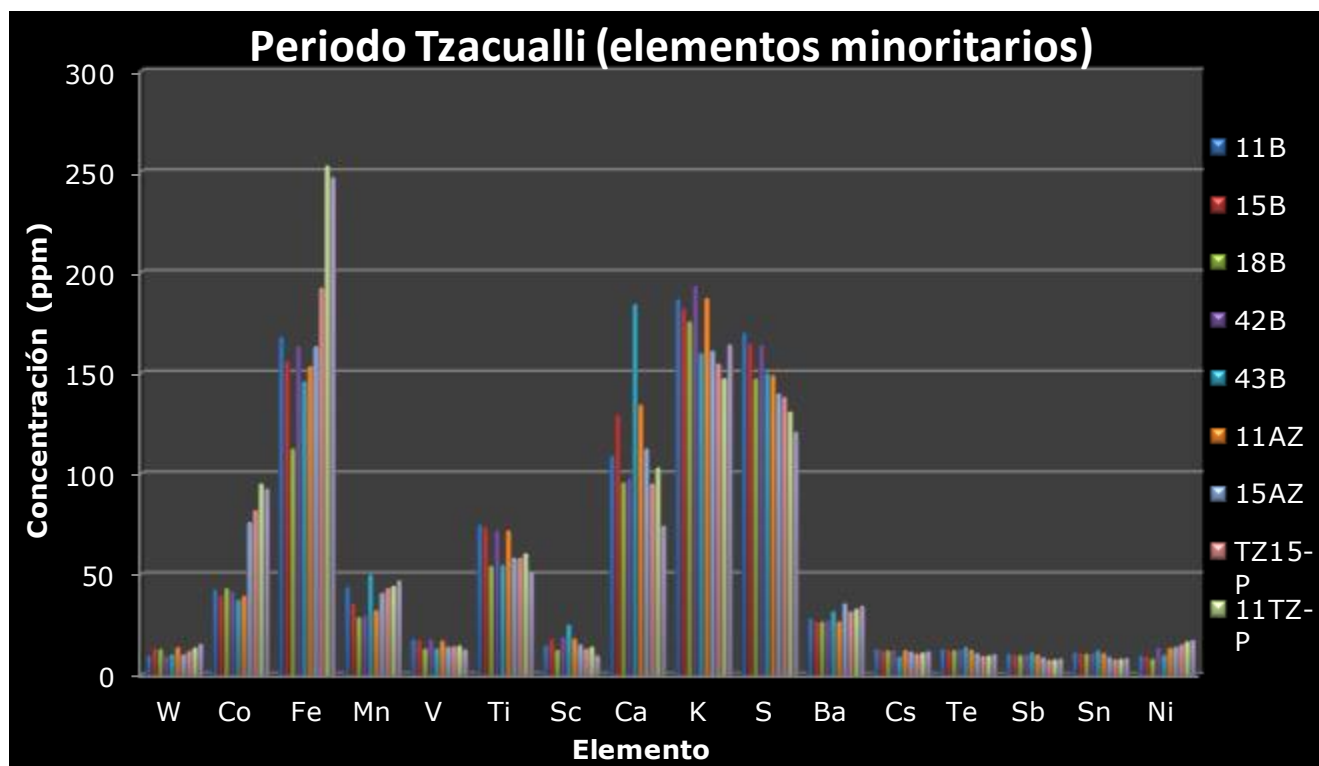


Figura 6.6- Concentración de elementos de la colección del periodo **Tzacualli**.

Concentración	Elementos
Menor a 10ppm	Mo, Zr, Sr, U, Rb, Th, Pb, Tl, Au, Se, As, Hg, Zn, Cu, Cr, Cd, Ag, Pd
Mayor a 10ppm	W, Co, Fe, Mn, V, Ti, Sc, Ca, k, S, Ba, Cs, Te, Sb, Sn, Ni

Tabla 6.2.2- Resumen de elementos obtenidos del análisis con FRX del periodo **Tzacualli**.

La concentración de los elementos a nivel traza y minoritarios para el periodo **Miccoatli** se presentan en las figuras 6.2.7 y 6.2.8 para un total de 8 muestras.

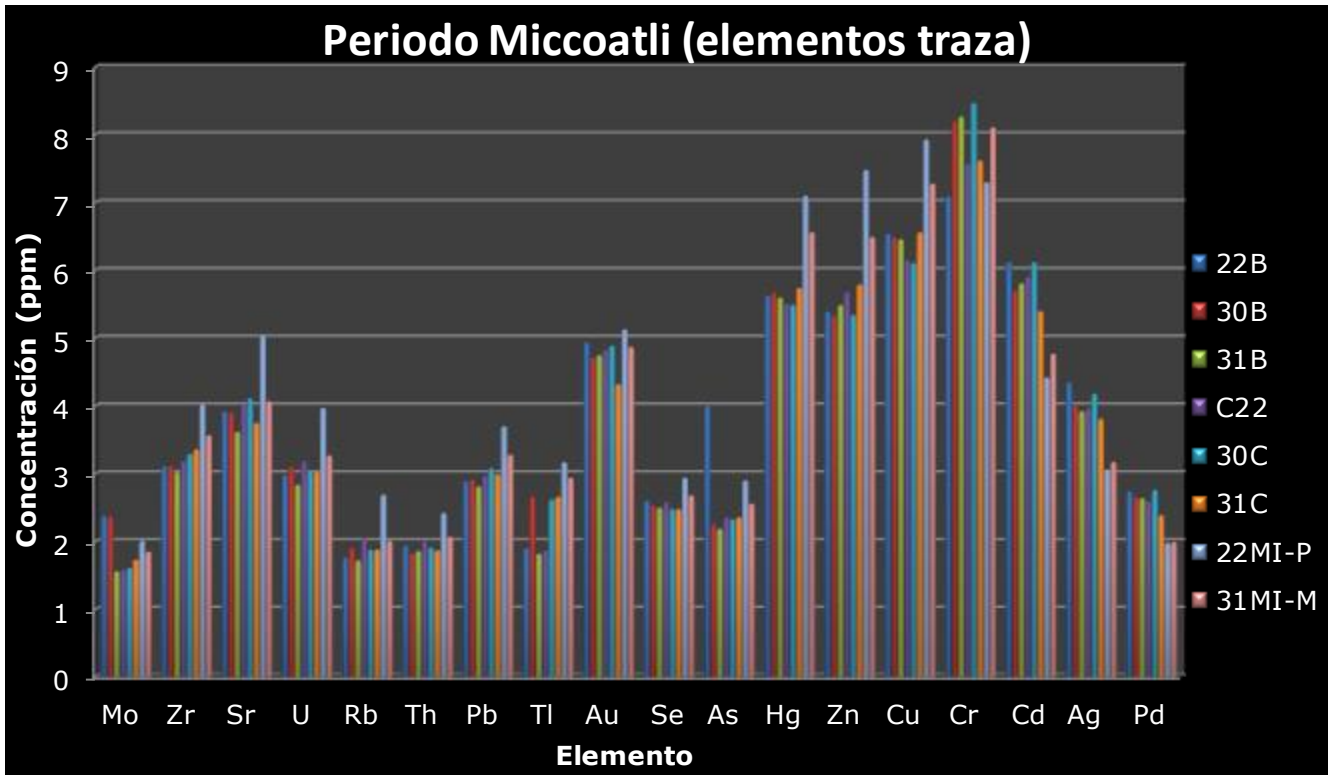


Figura 6.2.7- Concentración de elementos del periodo **Miccoatli**.

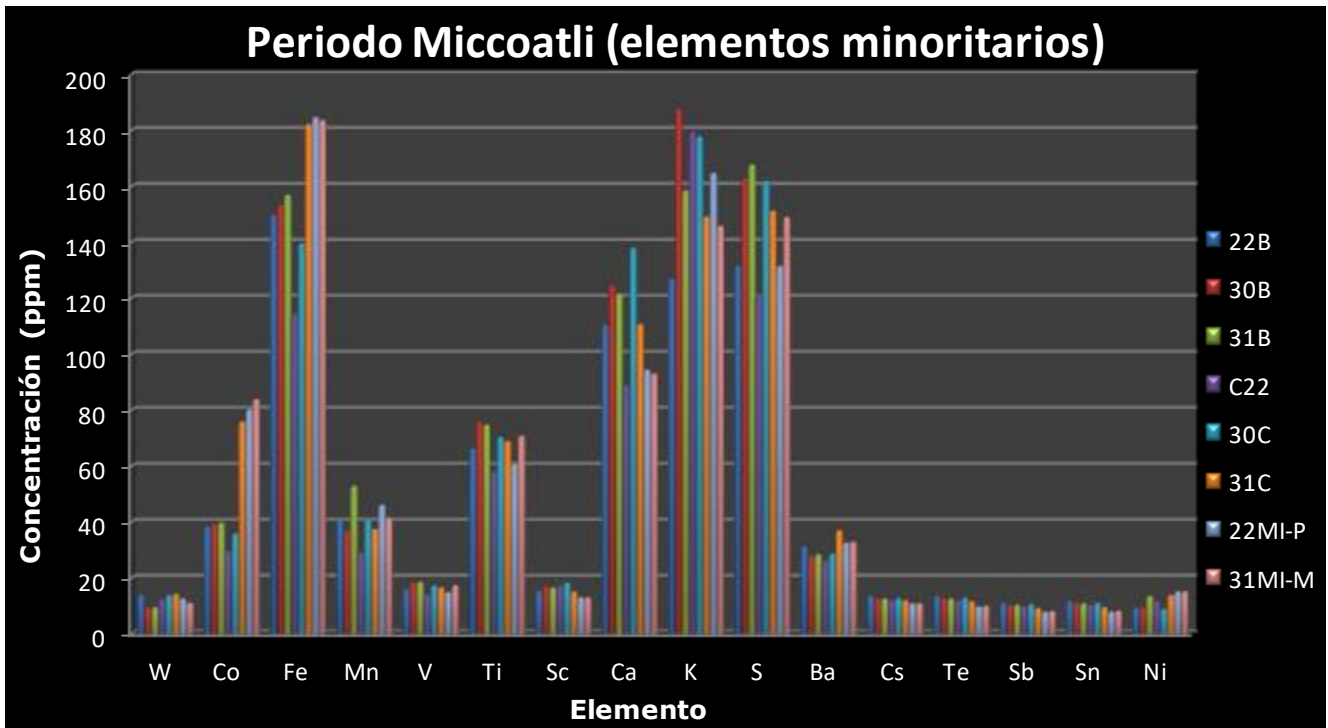


Figura 6.2.8- Concentración de elementos del periodo **Miccoatli**.

Concentración	Elementos
Menor a 10ppm	Mo, Zr, Sr, U, Rb, Th, Pb, Tl, Au, Se, As, Hg, Zn, Cu, Cr, Cd, Ag, Pd
Mayor a 10ppm	W, Co, Fe, Mn, V, Ti, Sc, Ca, K, S, Ba, Cs, Te, Sb, Sn, Ni

Tabla 6.2.3- Resumen de elementos obtenidos del análisis con FRX del periodo **Miccoatli**.

La concentración de los elementos a nivel traza, detectados por medio del XRF, son condensados en las siguientes figuras 6.2.9 y 6.2.10 de acuerdo a los elementos del periodo **Tlalmimilolpa** que consta de 8 muestras.

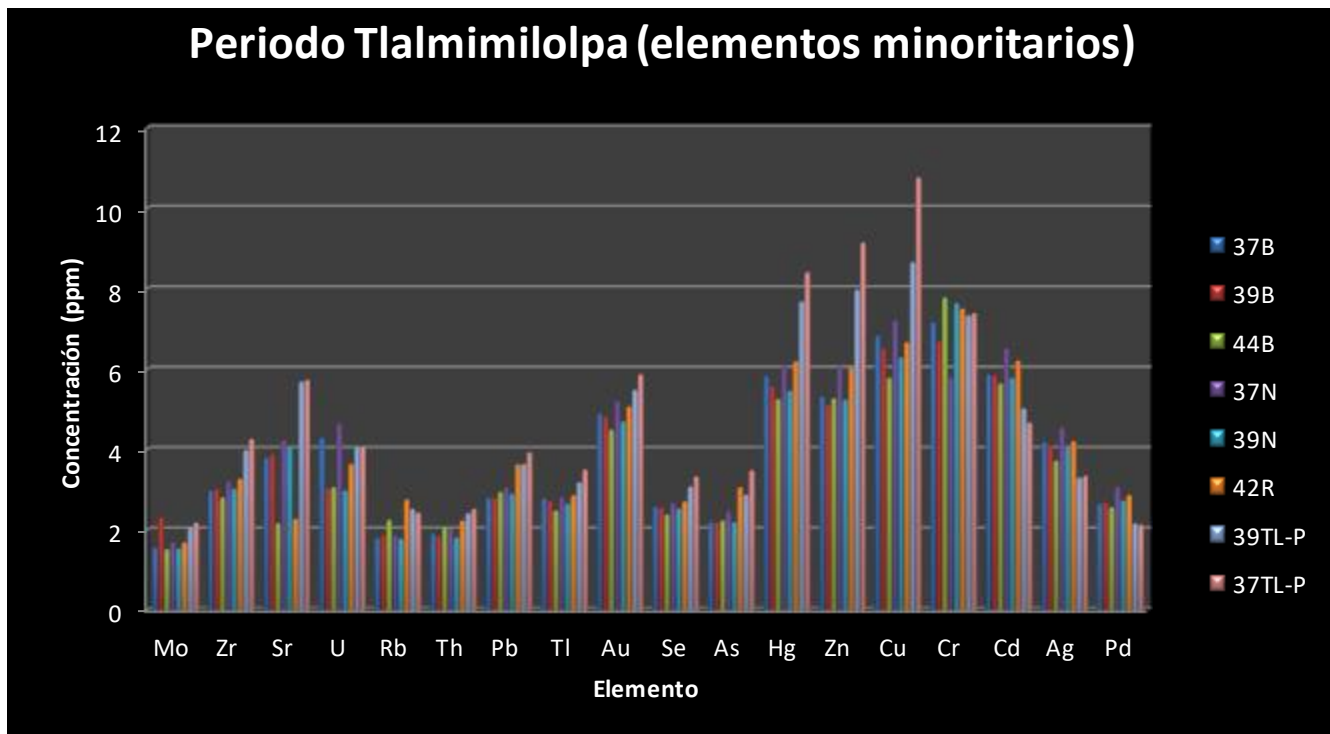
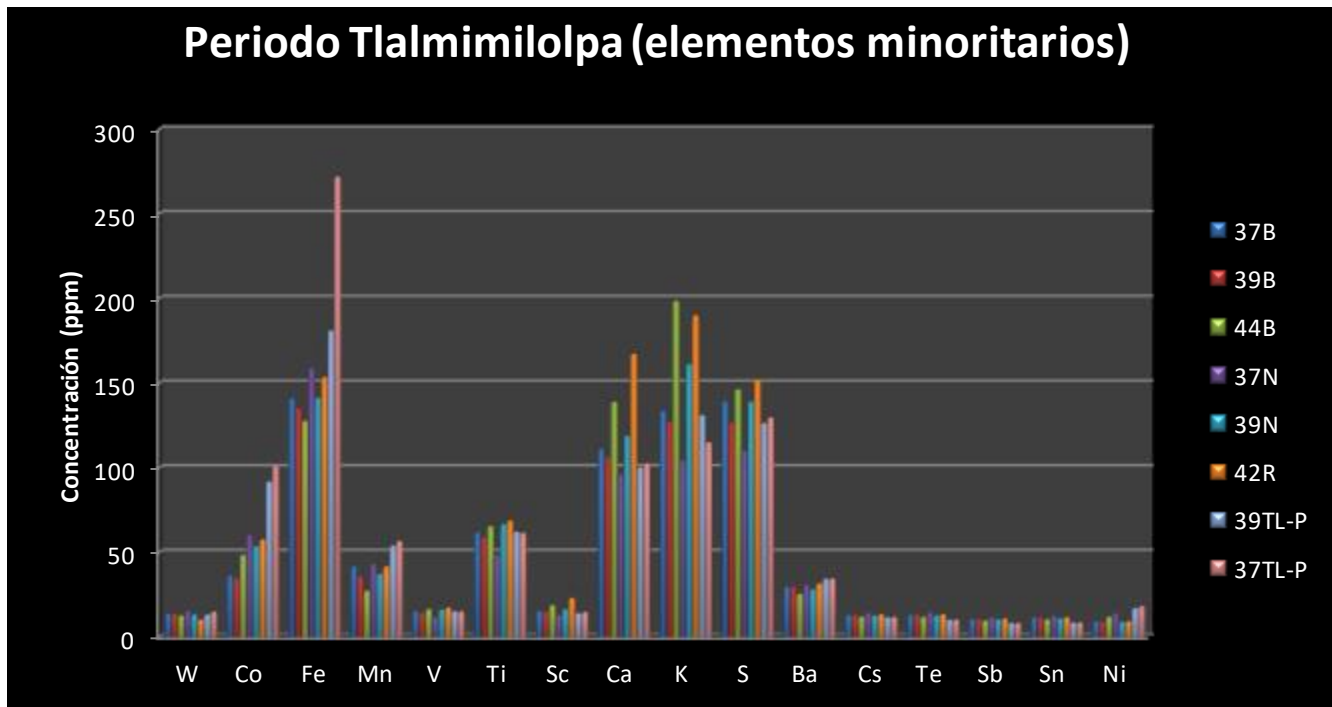


Figura 6.2.9- Concentración de elementos del periodo **Tlalmimilolpa**.



Concentración	Elementos
Menor a 10ppm	Mo, Zr, Sr, U, Rb, Th, Pb, Tl, Au, Se, As, Hg, Zn, Cu, Cr, Cd, Ag, Pd
Mayor a 10ppm	W, Co, Fe, Mn, V, Ti, Sc, Ca, K, S, Ba, Cs, Te, Sb, Sn, Ni

Tabla 6.2.4- Resumen de elementos obtenidos del análisis con FRX del periodo **Tlalmimilolpa**.

La concentración de los elementos a nivel traza, minoritario y mayoritario son detectados por medio del FRX, y condensados en la siguiente figura de acuerdo a los elementos presentes de los periodos **Patlachique, Tzacualli, Miccoatlí y Tlalmimilolpa**.

Elementos minoritarios	Concentración (ppm)			
	Patlachique	Tzacualli	Miccoatlí	Tlalmimilolpa
Mo	1.5 - 2.1	1.5 - 2.1	1.5 - 2.3	1.5 - 2.8
Zr	2.9 - 3.2	2.9 - 3.2	3 - 4.1	2.9 - 4.2
Sr	2.9 - 4.1	2.9 - 4.1	3.6 - 5	2.1 - 5.7
U	2.9 - 4.1	2.9 - 4.1	2.9 - 3.97	2.9 - 4.6
Rb	1.7 - 2.7	1.7 - 2.7	1.7 - 2.6	1.7 - 2.7
Th	1.9 - 2.6	1.9 - 2.6	1.8 - 2.4	1.8 - 2.5
Pb	2.9 - 4	2.9 - 4	2.8 - 3	2.7 - 3.9
Tl	1.8 - 2.6	1.8 - 2.6	1.8 - 3.1	2.4 - 3.5
Au	2.9 - 4	4.4 - 5.6	4.3 - 5.1	4.4 - 5.8
Se	2.4 - 3.2	2.4 - 3.2	2.4 - 2.9	2.3 - 3.3
As	2.2 - 3.2	2.2 - 3.2	2.1 - 4	2.1 - 3.4
Hg	5.6 - 8.7	5.6 - 8.7	5.5 - 7.1	5.2 - 8.4
Zn	4.9 - 9.1	4.9 - 9.1	5.3 - 7.4	5.1 - 9.1
Cu	5.9 - 9.5	5.9 - 9.5	6.1 - 7.9	5.7 - 10.7
Cr	5.3 - 8.3	5.3 - 8.3	7 - 8.4	5.7 - 7.7
Cd	4.7 - 6.3	4.7 - 6.3	4.4 - 6.1	5 - 6.5
Ag	3.1 - 4.3	3.1 - 4.3	3 - 4.3	3.3 - 4.5
Pd	2.1 - 2.8	2.1 - 2.8	1.9 - 2.7	2.1 - 3
W	13.3 - 15.9	9.8 - 15.5	9.6 - 13.8	10.3 - 15
Co	39.1 - 90.6	3.7.4 - 95.1	29.5 - 83.9	34.5 - 101
Fe	151.3 - 242.4	253 - 247.2	114.5 - 184.	127.6 - 271.8
Mn	30.8 - 48.5	28.8 - 49.9	21 - 52.9	27.45
V	10.3 - 20.7	12.8 - 17.8	14 - 18.5	11.72 - 17.4
Ti	42.1 - 84.3	51.5 - 74.6	57.9 - 70	48.5 - 68.8
Sc	11.6 - 18.6	9.8 - 25.2	13 - 18.3	12.9 - 18.9
Ca	79.5 - 134.8	74.2 - 184.1	93 - 138	102.6 - 167.3
K	111.9 - 186	147.3 - 193.9	126.8 - 187.6	115 - 189.9
S	104.4 - 154	120.8 - 169.9	121.2 - 167.7	104.2 - 198.5

Elementos minoritarios	Concentración (ppm)			
	Patlachique	Tzacualli	Miccoatli	Tlalmimilolpa
Ba	26.7 - 34.2	26.7 - 35.7	26.2 - 37	109.8 - 34.6
Cs	10.6 - 13.4	10.8 - 12.9	10.93 - 13.5	11.6 - 14.3
Te	9.9 - 13.8	9.6 - 13.9	9.8 - 13.5	10.3 - 14.3
Sb	8 - 11.1	7.8 - 11.3	7.9 - 11.1	8.3 - 11.7
Sn	8.3 - 11.5	7.8 - 12.27	8 - 11.6	8.5 - 12.3
Ni	8.4 - 18	8.1 - 17.5	8.9 - 15.2	8.9 - 18.2

Tabla 6.2.5- Resumen de elementos obtenidos del análisis con FRX de los cuatro periodos teotihuacanos.

Las concentraciones de los elementos detectados por medio del FRX son condensados en la siguiente figura 6.2.9 y 6.9.10 de acuerdo a los elementos presentes. Las dos muestras de cerámico se confirman que no fueron fabricadas en Teotihuacan debido al estilo de la alfarería. A partir del análisis podemos confirmar si en realidad fueron fabricadas del mismo banco de arcilla de la zona o son causa del comercio entre otras culturas.

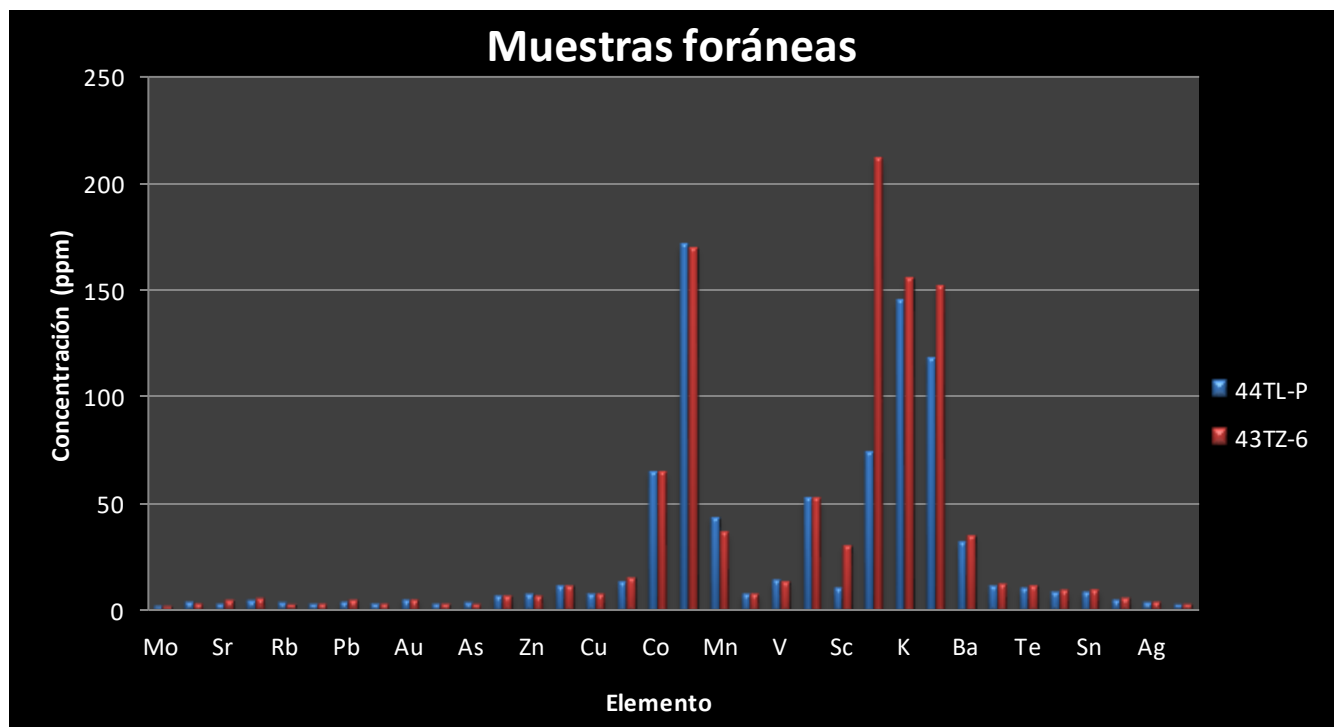


Figura 6.2.11- Concentración de elementos del periodo **Tlalmimilolpa** y **Tzacualli**.

Los resultados de la colección de muestras foránea presenta todos los elementos encontrados y se puede observar que existe una similitud en el perfil de concentraciones.

Concentración	Elementos
Mayor a 1ppm	Be, Ca, Cd, Cr, Fe, Li, Mg, Mn, Sr, Ti, V, Zn, k, SI, Al, B, Ba, Na, Ag
Menor a 1ppm	As, Co, Cu, Mo, Ni, Pb, Sb, Tl, Se, Au

Tabla 6.2.6- Resumen de elementos obtenidos del análisis con FRX de la colección foráneas constituida por dos muestras 44TL-P Y 43TZ-6.

En la siguiente tabla se presenta la comparación de técnicas analíticas por fluorescencia de rayos X y Plasma ICP-OES en la muestra 06PA -N.

Técnica	Concentración	Elemento
ICP-OES	Menor a 10ppm	Be, Ca, Cd, Cr, Fe, Li, Mg, Mn, Sr, Ti, V, Zn, K, Si, Al, B, Ba, Na
	Mayor a 10ppm	As, Co, Cu, Mo, Ni, Pb, Sb, Tl, Se, Au
FRX	Menor a 10ppm	Mo, Zr, Sr, U, Rb, Th, Pb, Tl, Au, Se, As, Hg, Zn, Cu, Cr, Cd, Ag, Pd
	Mayor a 10ppm	W, Co, Fe, Mn, V, Ti, Sc, Ca, K, S, Ba, Cs, Te, Sb, Sn, Ni

Tabla 6.2.7- Comparación de técnicas analíticas por fluorescencia de rayos X y Plasma ICP-OES del periodo **Patlachique**.

6.3- Resultados Difracción de rayos X

Para confirmar las especies presentes se realizó un estudio por Difracción de Rayos X que se llevó a cabo en el Instituto de Materiales de la UNAM.

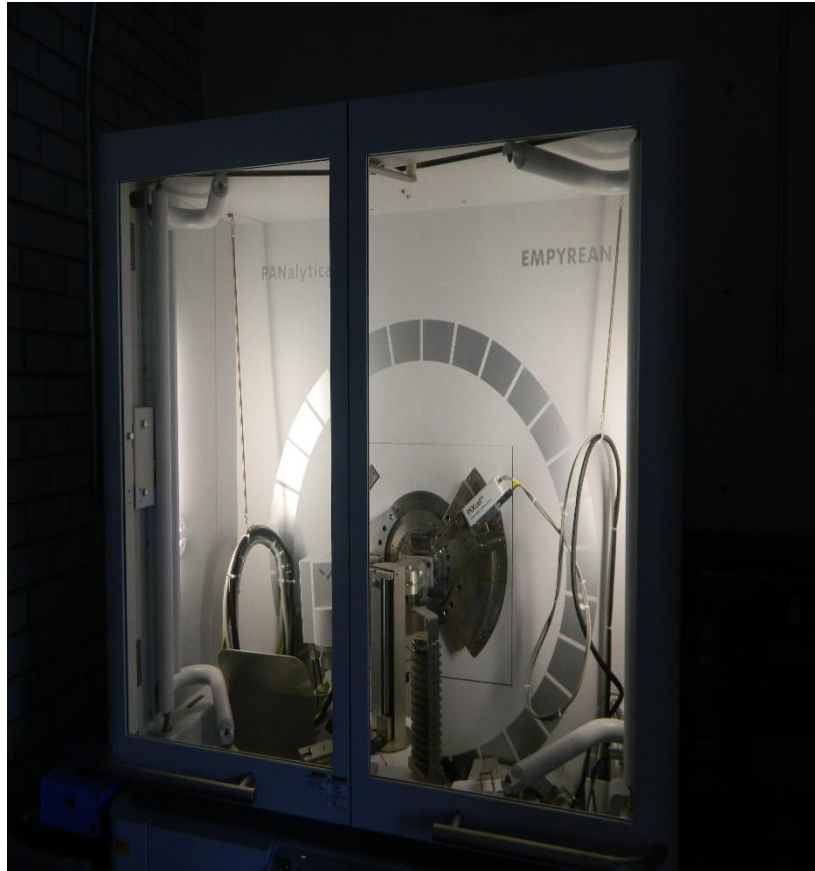


Figura 6.3.1- Difractometro de rayos X, laboratorio del Instituto de Materiales UNAM.

Las condiciones de barrido han sido las siguientes: 20 mA y 40 KV. Sólo se prepararon tres muestras debido a que no se pueden pulverizar las muestras de cerámica antigua pertenecientes al INAH.

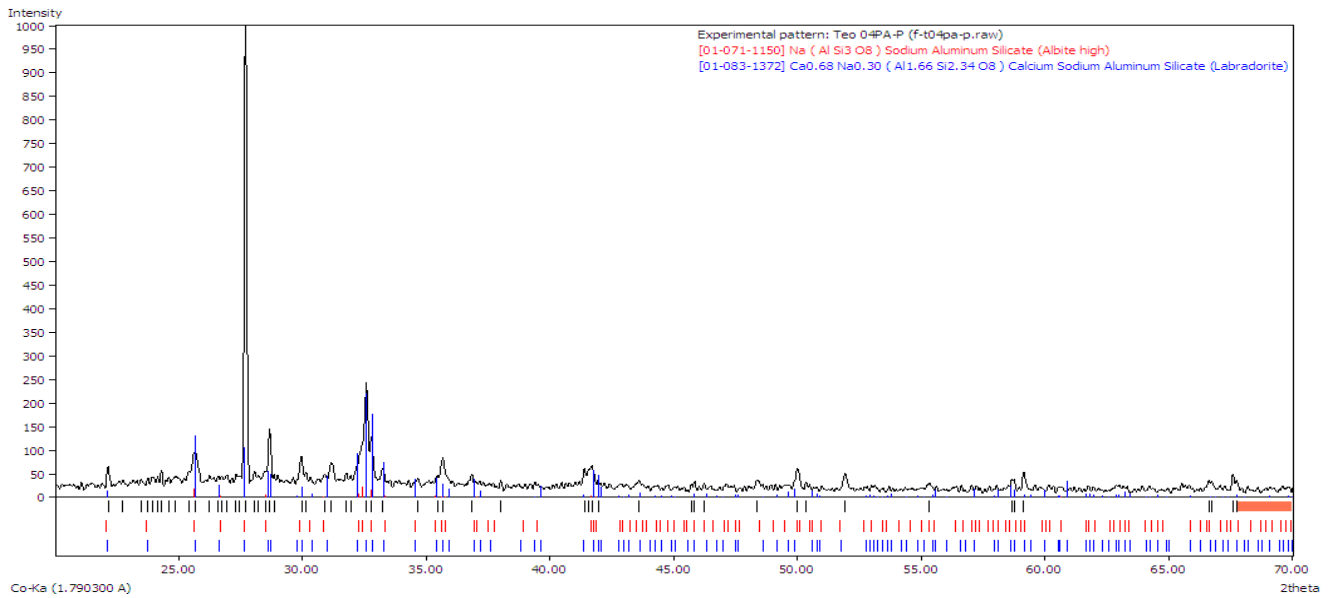


Figura 6.3.2- Resultados del análisis por DRX del periodo **Patlachique**, muestra 04PA-P.

Los resultados del barrido se determinó la presencia de feldespatos en las fases cristalinas: albite 91% y labradorita 9%.

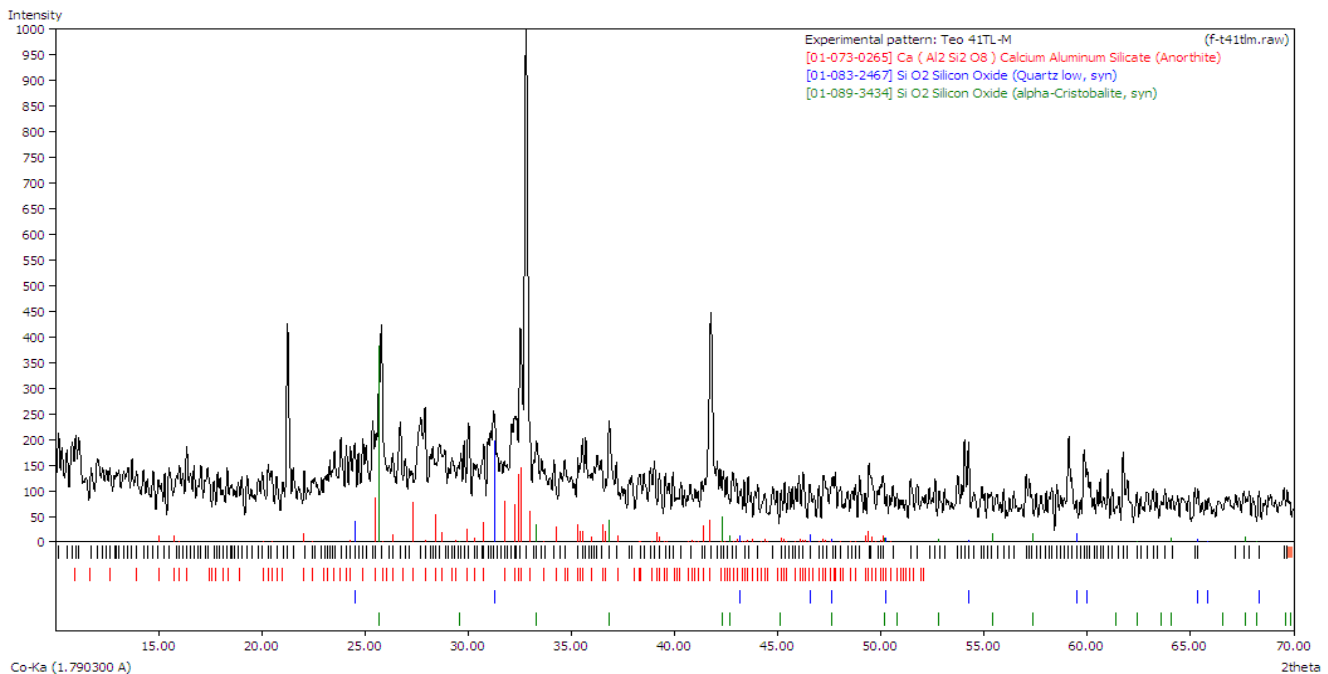


Figura 6.3.3- Resultados del análisis por DRX del periodo **Tlalmimilolpa** muestra 41TLR.

Se tiene presencia de feldespatos en las fases cristalinas: anortita 82%, cuarzo 11% y cristobalita 7%.

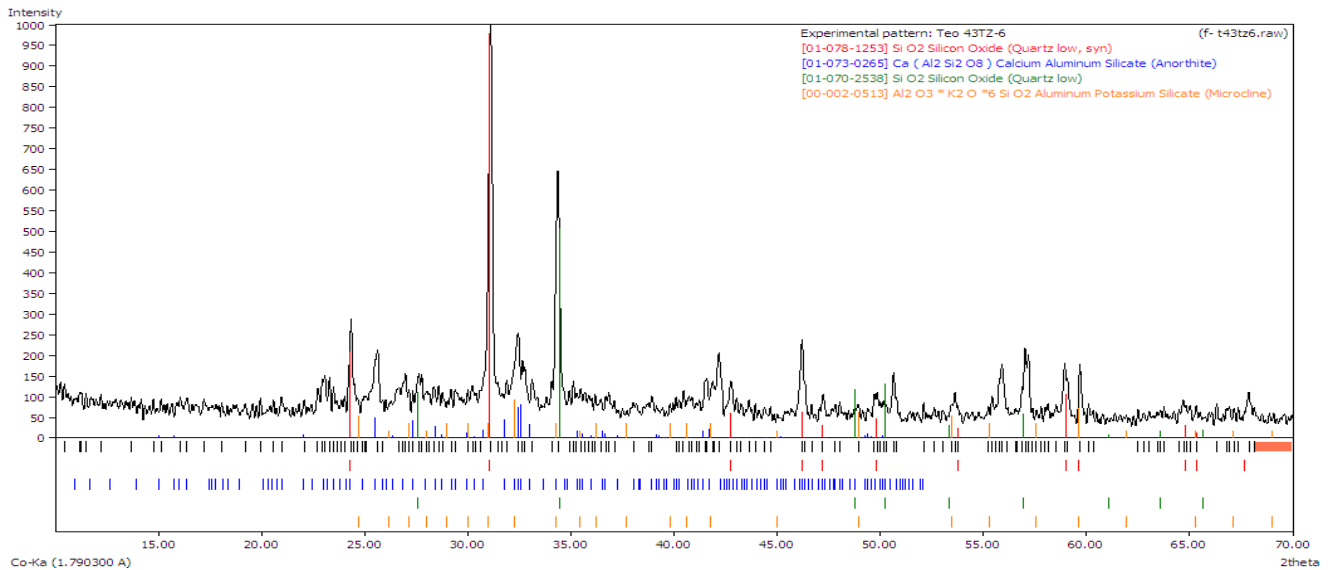


Figura 6.3.4- Resultados del análisis por DRX del periodo **Tzacualli** muestra 43TZ-6.

Se tiene presencia de feldespatos anortita 67.7% cuarzo 24.2% microlina 4% y cuarzo 4%.

Composición química aparente

Con los datos obtenidos de los métodos de análisis químico del ICP-OES Y FRX, podemos determinar los compuestos químicos determinados por el difractómetro, teniendo como base los elementos más abundantes de la matriz.

Nombre del silicato	Formula
Anortita	Ca(Al₂Si₂O₈)
Albita	NaAlSi₃O₈
Labradorita	(CaNa)(SiAl)₄O₈
Cuarzo	SiO₂ hexagonal
Alfa cristobalita	SiO₂ rómbico
Microclina	KAlSi₃O₈

Tabla 6.4.1- Listado de silicatos encontrados por DRX de los periodos **Tzacualli**, **Patalchique** y **Tlalmimilopa**.

7. Análisis y discusión de resultados

En este trabajo se realizaron análisis químicos y físicos de cerámicos antiguos para determinar los elementos presentes y que fases están presentes.

7.1 ICP-OES

La caracterización es importante al momento de realizar un nuevo método de análisis químico. Es necesario primeramente hacer un trabajo de digestión y así montar un método más eficiente para homogenizar la muestra y posteriormente llevar la muestra a análisis por plasma acoplado inductivamente.

Se observa que la linealidad en el equipo ICP-EOS es óptima con un valor del coeficiente de correlación mayor o cercano a 1; lo cual indica que los datos obtenidos tienen un comportamiento lineal y es posible trabajar en el rango establecido se espera que la respuesta sea directamente proporcional entre la intensidad cps (cuentas por segundo) y la concentración.

Como podemos observar los resultados obtenidos para las muestras son similares. Estos resultados indican que las condiciones instrumentales utilizadas para los análisis, así como la preparación de las muestras están en condiciones de reproducibilidad.

La curva de calibración muestra la relación entre la intensidad de la señal y la concentración real de cada punto de calibración. Se demuestra en la calibración gráfica que la relación intensidad vs concentración es lineal en el rango de 0.5 a 1 ppm.

La calidad del agua desionizada para preparar blanco de calibración fue determinante en la construcción de la curva de calibración. Sin embargo, el nivel del blanco demuestra que la calidad del agua no afecta la construcción de la curva de calibración.

En el periodo **Patlachique** (150 a.C. – 1 d.C.) se puede observar que la figura 12.1.1 con un rango de traza que va desde 0 a 1000ppm. Se encuentran metales tóxicos para la salud como son el Cr, Ni, Sb, V y Pb, este último se debe a la

presencia de óxidos de plomo (minios o tetróxido de plomo Pb_3O_4) característico de los bancos de arcilla de la región del estado de México.

Es importante señalar la presencia de V y Cr es una concentración alta (oscilan en un rango de 44.5 - 87ppm para el V y para el Cr 42-92ppm) por lo que es importante señalar que el Cr tiene la concentración más alta de los 4 periodos. Es necesario verificar si estos elementos pudieron contaminar los alimentos y que tan nocivo fue. Esta verificación se refleja analizando muestras óseas de la población de la época.

Para la figura 12.1.2 es importante señalar que son elementos minoritarios y que están hasta 5% de la concentración como es el Ca, Fe, Mg, Ti, K, Al y Na característicos de las arcillas para la elaboración de cerámica. El Ca se presenta como un carbonato; el Fe y el Na como sales, el Al en forma de aluminato de sodio o de calcio, el Ti presente como óxido TiO_2 ,

En la figura 6.1.3 se tiene como elemento mayoritario al Si siendo el elemento más abundante con un rango de 20.2 - 31.4%pp teniendo la composición más común de arcilla.

En el periodo **Tzacualli** (1 d.C.-150 d.C.) se puede observar que las figuras 12.2.4 también se tiene la presencia de metales tóxicos para la salud como Cr, Ni, Sb, V y Pb en nivel de traza en ppm. El Pb se debe a la presencia del tetraóxido de plomo característico de las arcillas de la región. El V presentan una concentración alta con un rango 38.5 - 146.5ppm. El Cr con un rango de 18 - 80 ppm teniendo una concentración más baja que la del periodo anterior.

Para la figura 12.2.5 es importante señalar que son elementos minoritarios y que se encuentran hasta 5% de concentración como el Ca, Fe, Mg, Ti, K, Al y Na elementos característicos de la arcilla para la elaboración de cerámica.

Se tiene una concentración alta de Al con un rango de 0- 5.7%pp confirmando la presencia de aluminato sódico o de calcio.

En la figura 6.2.6 se tiene como elemento mayoritario al Si que presenta un rango de 15.4 - 31.2 %pp la composición más común de arcilla lo que pone en evidencia la presencia de óxidos.

En el periodo **Miccoatli** (150 d.C. – 200 d.C.) Se puede observar que las figuras 12.1.7 también se tiene la presencia de metales tóxicos para la salud como Cr, Ni, Sb, Va y Pb en nivel de traza (ppm), la presencia de Pb en forma de óxidos confirma ser arcilla de la región. El V presenta la concentración más alta de los cuatro periodos con un rango de 69.5 – 106ppm, el Cr presente con una concentración alta por lo que es importante verificar si estos elementos pudieron ser parte de los pigmentos utilizados para su decoración.

Para la figura 6.1.8 es importante señalar que son elementos minoritarios y que están hasta 5% de la concentración como es el Ca, Fe, Mg, Ti, K, Al y Na característicos de las arcillas para la elaboración de cerámica.

En la figura 6.1.9 se tiene como elemento mayoritario al Si que representa la composición más común de arcilla.

En el periodo **Tlalmimilolpa** (200 d.C. – 350 d.C.) Se puede observar que las figuras 12.1.10 se tiene la presencia de metales tóxicos para la salud como Cr, Ni, Sb, V y Pb en nivel de traza en ppm, la presencia de Pb en un rango alto (6 – 45.5ppm) demuestra que el tetraóxido de plomo está presente en la concentración más alta de los cuatro periodos.

El V y el Cr presentan una concentración muy alta por lo que es importante verificar si estos elementos fueron causa de enfermedades en los cuatro periodos. Para la figura 6.1.11 es importante señalar que son elementos minoritarios y que están hasta 5% de la concentración como es el Ca, Fe, Mg, Ti, K, Al y Na son elementos característicos de las arcillas.

En la figura 6.1.12 se tiene como elemento mayoritario al Si que representa la composición más común de arcilla lo que pone en evidencia la presencia de óxidos.

Para la colección 06PA del periodo **Patlachique** se puede observar en la figura 6.1.14 se tiene la presencia de Cr y V en las tres muestras de manera constante, el Pb tiene una concentración muy baja, pero en 06PA-N es casi nula la presencia debido a que es la superficie.

La verificación se realizó para demostrar que los datos obtenidos son confiables, como se observa en las figuras 6.1.19 y 6.1.20 únicamente se presentaron dos muestras de los periodos **Tzacualli** y **Patlachique** TZ-15P y 07PA-P respectivamente.

De las dos muestras se leyeron por duplicado y solo se tomaron ocho elementos (Cr, Li, Mn, Sr, V, Zn, B y Ba), por tanto, la reproducibilidad es el grado de concordancia entre los resultados obtenidos cuando el método es aplicado a la misma muestra repetidas veces, expresado como la desviación estándar absoluta (SD), varianza (SD^2), y la desviación estándar relativa (RSD) o por ciento de desviación estándar relativa (%RSD) de los resultados obtenidos. es el grado de concordancia entre los resultados obtenidos.

Otro elemento que está en concentración muy variada en el Mn y el Sr.

Para los elementos minoritarios tenemos que el Ca, Na y Ti se observa una variación muy marcada pero no se observa una tendencia entre cada zona.

Se puede observar de manera general que los resultados del ICP-OES se tiene el Al con una concentración alta por lo que indica este elemento se encuentra de manera de óxido (aluminato) y es muy característico de las arcillas.

La presencia de Ca por lo que se encuentra en forma de carbonatos o aluminato de calcio pueden estar presente con otros más elementos y también existen sales presentes en los cerámicos.

El Si es de los elementos más representativos ya que el cerámico proviene de minas de arcillas locales y no se sabe exactamente la técnica utilizada por los talleres de artesanos de la época, además con este elemento podemos atribuir si se trata de la misma mina de arcilla que se encuentra en mismo sitio arqueológico donde se obtuvieron las materias primas para la fabricación de las cerámicas.

Los resultados obtenidos en este trabajo están basados en un método no establecido, el cual se puede validar la confiabilidad de los resultados al obtener una curva de calibración de plasma óptico con un coeficiente de correlación muy

cercano a 1, el cual nos indica que es casi lineal la relación que puede existir entre la intensidad emitida por los átomos y la concentración.

Debido a que se tiene este alto coeficiente de correlación es posible obtener un mayor límite de detección en el equipo de plasma óptico, es decir la concentración mínima detectable.

7.2-FRX

Se realizaron las pruebas en el laboratorio del instituto de Geología, la técnica fue fluorescencia de rayos X, solo para confirmar otros elementos que se encuentran por el límite de detección del ICP-OES ya que la matriz es muy compleja. La técnica no permite leer el Si debido a que es un elemento ligero, además el barrido se realizó en la superficie exterior de la muestra.

El Si no se cuantifica debido a que es un elemento ligero, pero está presente en los estándares de calibración como SiO₂.

Periodo **Patlachique** (150 a.C. – 1 d.C.) se puede observar que la figura 6.2.1 con un rango de traza que va desde 0 a 1000ppm. Se encuentra la presencia de metales tóxicos para la salud como son el Cr, Ni, Sb, V y Pb, este último se debe a la presencia de óxidos de plomo(minios) característico de las arcillas de la región, es importante señalar la presencia del V y el C los cuales presentan una concentración alta (oscilan en un rango de 40 a 90 ppm) por lo que es importante verificar si estos elementos pudieron estar presentes en los alimentos y que tan nocivo fue su efecto.

Para la figura 6.2.2 es importante señalar que son elementos minoritarios y que están hasta 5% de la concentración como es el Ca, Fe, Mg, Ti, K, Al, y Na característicos de las arcillas para la elaboración de cerámica, la presencia del aluminio en forma de aluminato el Ti presente como silicato es muy común para trabajar una arcilla.

Periodo **Tzacualli** (1 d.C.- 150 d.C.) Se puede observar que las figuras 6.2.3 se tiene la presencia de metales tóxicos para la salud como Cr, Hg, As, Cd y Pb en

nivel de traza en ppm, este último se debe a la presencia de óxidos de plomo característico de las arcillas de la región, los elementos Hg y el Cr presentan una concentración alta con rango de 5.6 – 8.7 y 5.3 – 8.7 ppm respectivamente, es importante verificar si estos elementos pudieron estar presentes en los alimentos que se consumieron, debido a que son elementos que se utilizaron para la decoración de las vasijas.

Para la figura 6.2.4 es importante señalar que son elementos minoritarios Co, V y Sb que son elementos dañinos para la salud y están en mayor concentración.

Los elementos como es el W, Fe, Mn, Ti, Sc, Ca, K, S, Ba, Cs, Te, Zn y Ni son característicos de las arcillas para la elaboración de cerámica

Periodo **Miccoatli** (150 d.C. – 200 d.C.) Se puede observar que las figuras 6.2.5 se tiene la presencia de metales tóxicos para la salud como Cr, Ni, Sb, V y Pb en nivel de traza en ppm, este último se debe a la presencia de óxidos de plomo característico de las arcillas de la región. El V y Cr presentan una concentración elevada.

Para la figura 12.1.2 es importante señalar que son elementos minoritarios y que están hasta 5% de la concentración como es el Ca, Fe, Mg, Ti, K, Al, y Na característicos de las arcillas para la elaboración de cerámica

Periodo **Tlalmimilolpa** (200 d.C. – 350 d.C.) Se puede observar que las figuras 12.1.1 se tiene la presencia de metales tóxicos para la salud como Cr, Ni, Sb, V y Pb en nivel de traza en ppm, este último se debe a la presencia de óxidos de plomo característico de las arcillas de la región. Al igual que en los tres periodos anteriores el Cr y V están en concentraciones altas.

Para la figura 6.2.9 es importante señalar que son elementos minoritarios y que están hasta 5% de la concentración como es el Ca, Fe, Mg, Ti, K, Al, y Na característicos de las arcillas para la elaboración de cerámica.

La presencia de Fe es característico en las 2 técnicas de análisis por lo que el método de rayos X se acerca a los valores obtenidos por el ICP-OES en la mayoría de las arcillas está presente el Fe pero en forma de óxidos

Es importante señalar que en las técnicas de análisis ICP-OES Y FDX se encontró la presencia de óxidos de Pb (minios) ya que este se encuentra en una buena parte del país y es muy característico que se encuentre en las cerámicos del país.

Es importante señalar que el cerámico analizado en esta zona es muy similar entre periodos debido a que existe un cerámico muy burdo para uso general para cocinar o almacenar y otro grupo de cerámicas más pulida y decorada que fueron utilizados para ofrendas o ceremonias, aunque también se sabe que existen cerámicas foráneas de Morelos y Puebla debido al comercio realizado por mercaderes.

La temperatura de cocción es muy importante ya que se realizaba en hornos rústicos y solo era cocido, no se llegó a una temperatura de vidriado por lo que esta técnica no se conocía en el México prehispánico, debido a la presencia feldespatos.

Es importante señalar que esta caracterización no se cuenta con estándares preestablecidos y certificados, ya que los trabajos anteriores se han realizado en el extranjero y las técnicas de análisis químico no se mencionan bajo que parámetros se realizaron por lo que el análisis se realizó bajo el criterio de este proyecto

7.3-DRX

Dependiendo de los minerales de la serie los porcentajes presentes de estos tectosilicatos se tienen las siguientes denominaciones.

En el análisis de difracción de rayos X se encontraron las siguientes fases

Anortita

Albita

Labradorita

Cuarzo

Alfa cristobalita

Microdina

8- Conclusiones

- Se desarrolló con éxito el procedimiento para realizar la disolución química y el manejo de equipos, reactivos y preparación de muestras, con la mayor precisión posible. Las curvas de calibración presentaron un coeficiente de correlación cercano a uno y reproducibilidad.
- Las técnicas utilizadas tienen una serie de ventajas que nos permiten avanzar en el conocimiento de las pastas de cerámicas antiguas. Permiten la agrupación de muestras en función del origen de las arcillas utilizadas en la manufacturación, lo que nos puede ayudar a la hora de definir los grupos cerámicos en muestras muy homogéneas y poco representativas del periodo histórico como pueden ser las cerámicas comunes
- El equipo se utilizó con las mejores condiciones de operación del espectrómetro incluyendo flujos de argón, potencia y longitudes de onda para la caracterización que permitieron la lectura eficiente de las muestras soportando así la matriz compleja.
- Las arcillas tienen como característica ser una mezcla de matrices complejas tales como óxidos silicatos sales y carbonatos que al entrar a la atmósfera del plasma se destruyen, quedando en estado elemental para su cuantificación.
- El método analítico es lineal en el rango de 0.5 a 10 ppm. Es importante saber este aspecto porque se confirma que la concentración es directamente proporcional a la emisión óptica, dado lo anterior se puede relacionar la concentración de las muestras con la concentración de calibración además se puede establecer el rango de trabajo.
- En conjunto con todas las conclusiones anteriores podemos decir que el método analítico desarrollado es confiable, repetible y reproducible.

9- Bibliografía

[1] Agustín Cabral Prieto, Arqueometría de cerámicas y obsidianas con espectroscopia Mossbauer. ININ

[2] N. H. Bings, A. Bogaerts, J. A. C. Broekaert, Atomic Spectroscopy, Anal. Chem. 80 (2008), 4317–4347.

[3] Charles B., y cols. Concepts, Instrumentation, and Techniques in Inductively Coupled Plasma

Optical Emission Spectrometry. USA: PERKIN ELMER, 1997.

[4] S. Greenfield, y cols. Common RF Generators, Torches and Sample Introduction Systems in ICP in analytical Atomic Spectroscopy, 2 ed. 1992.

[5] Sonsoles de Soto García, Utilización de técnicas mineralógicas y geoquímicas para la caracterización de cerámicas arqueológicas Departamento de Geología y Geoquímica. Universidad Autónoma de Madrid Aceptado: 21 octubre 2011

[6] Moragas Segura, Sarabia González TEOTIHUACAN Área Académica de Historia y Antropología Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo

[7] García Heras, Caracterización arqueométrica de la producción de cerámica Naumanita, tesis doctoral Universidad Complutense Madrid 1997

[8] Anabel Villalonga, La escultura antropomorfa en piedra de Teotihuacan, México problemáticas, antecedentes y nuevas propuestas. Universidad Autónoma de Barcelona Aceptado: 1 diciembre 2010

[9] George Cowgill, Teotihuacan ciudad de misterios, capítulo 7 Teotihuacan, 1997 pag. 250-550

[10] Linda R. Manzanilla N. ESTUDIOS ARQUEOMÉTRICOS DEL PROYECTO TEOPANCAZCO EN TEOTIHUACÁN Instituto de Investigaciones Antropológicas, UNAM 1, noviembre, 2010

[11] Ortega Zuloaga, Alonso Oletaxea, El estudio arqueométrico de las producciones de cerámicas, San Sebastian, 2005

9.1- Mesografía

[1] PerkinElmer (online) www.perkinelmer.org/catalog (Consultado 21-04-2015)

[2] <http://optativa.uaem.blogspot.mx/> (consultada 21-07-2016)

[3] http://xml.cie.unam.mx/xml/ms/Doctos/FUNDAMENTOS_FRX.pdf
(Consultado 21-10-2015)

APÉNDICE A

Colección LB

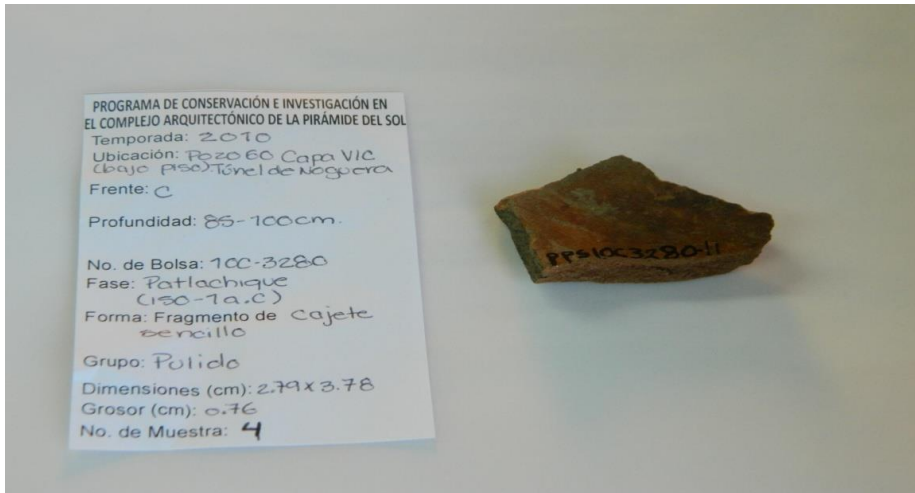


Figura 1- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 4B

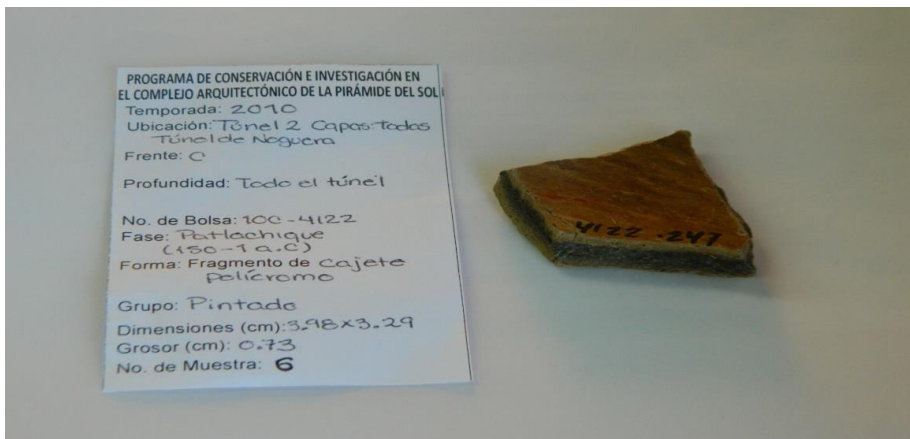


Figura 2- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 6B



Figura 3- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 7B

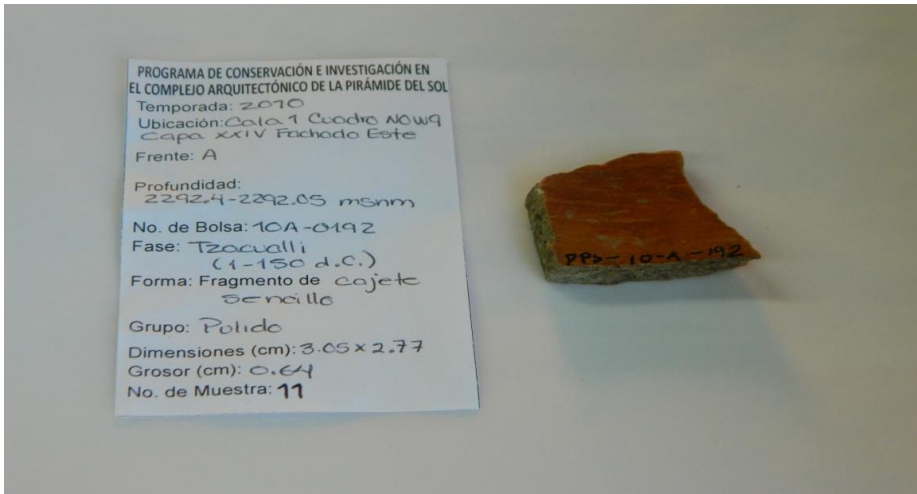


Figura 4- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 11B

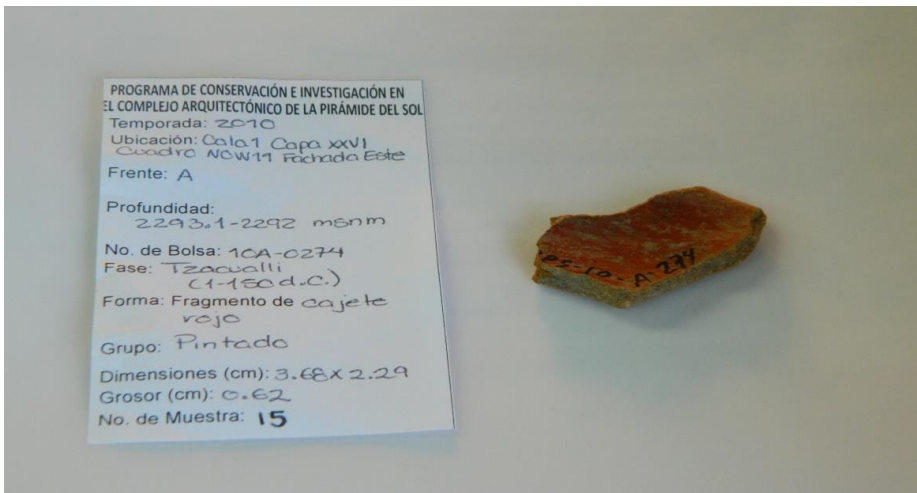


Figura 5- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 15B

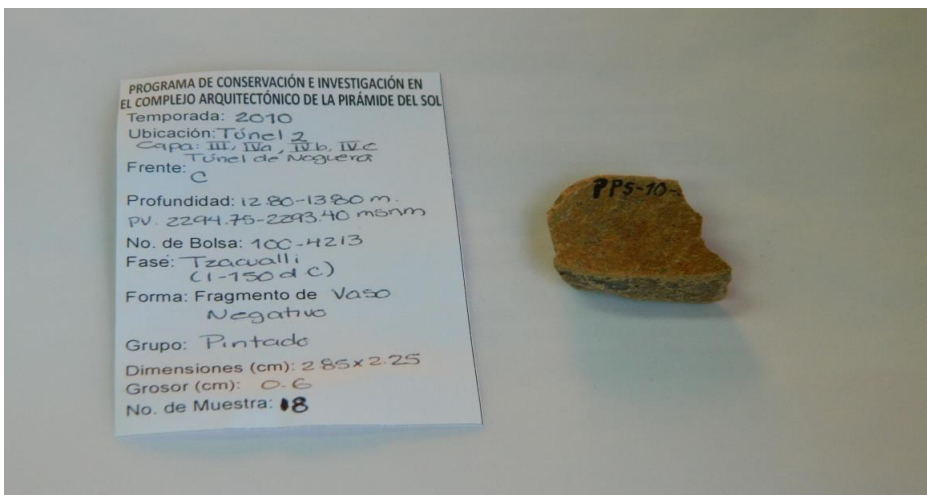


Figura 6- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 18B

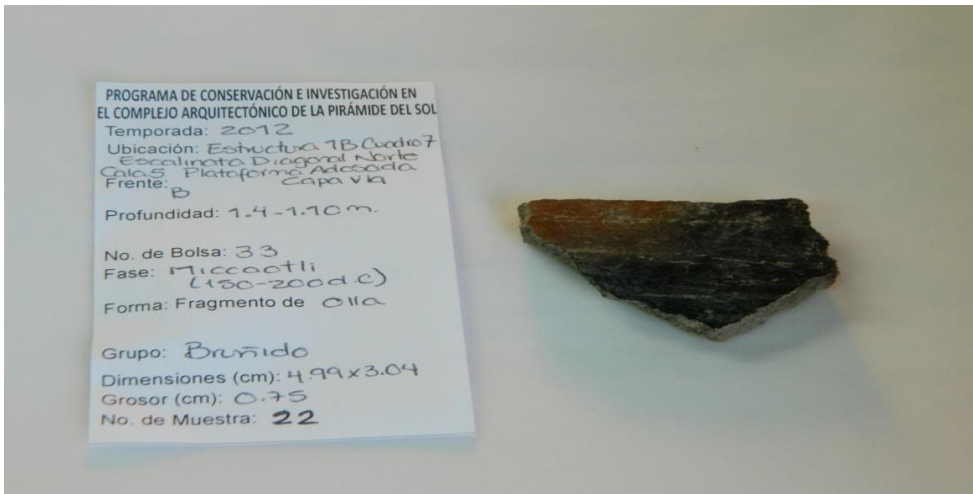


Figura 7- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 22B

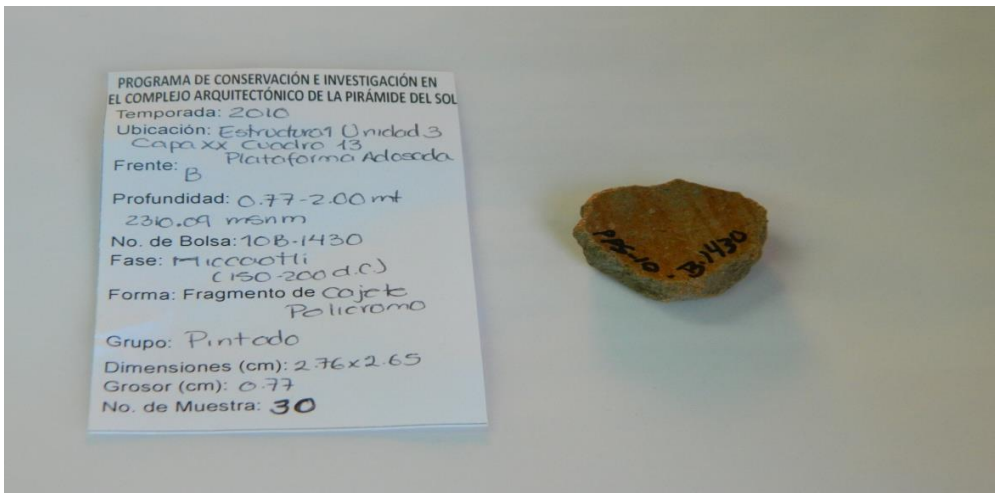


Figura 8- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 30B

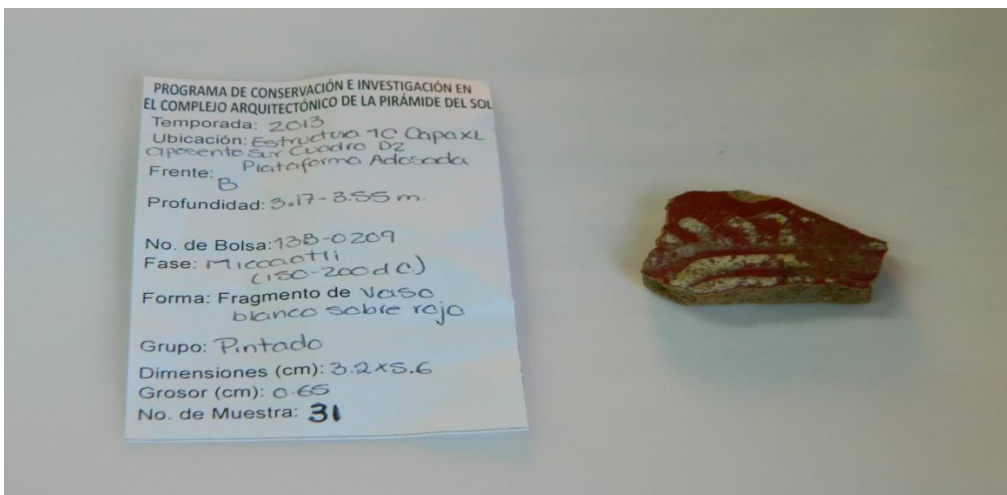


Figura 9- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 31B

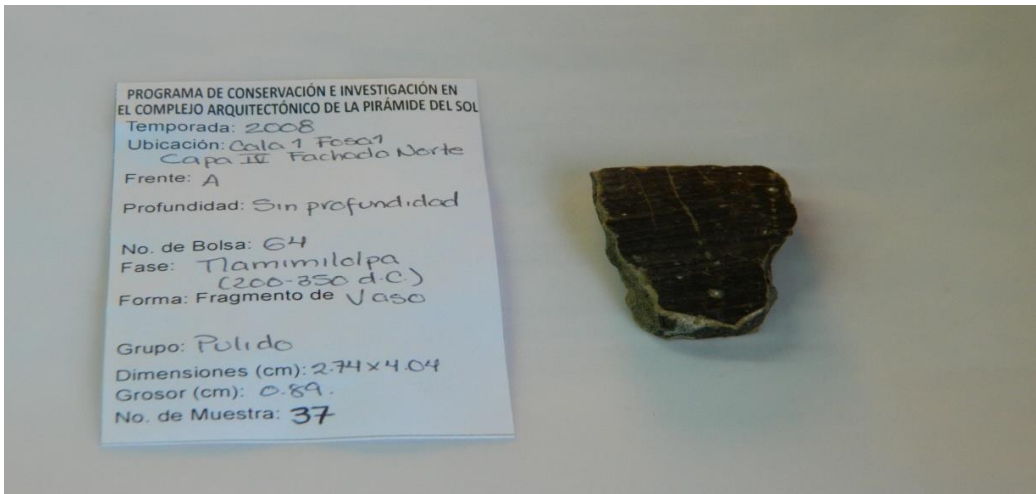


Figura 10- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 37B

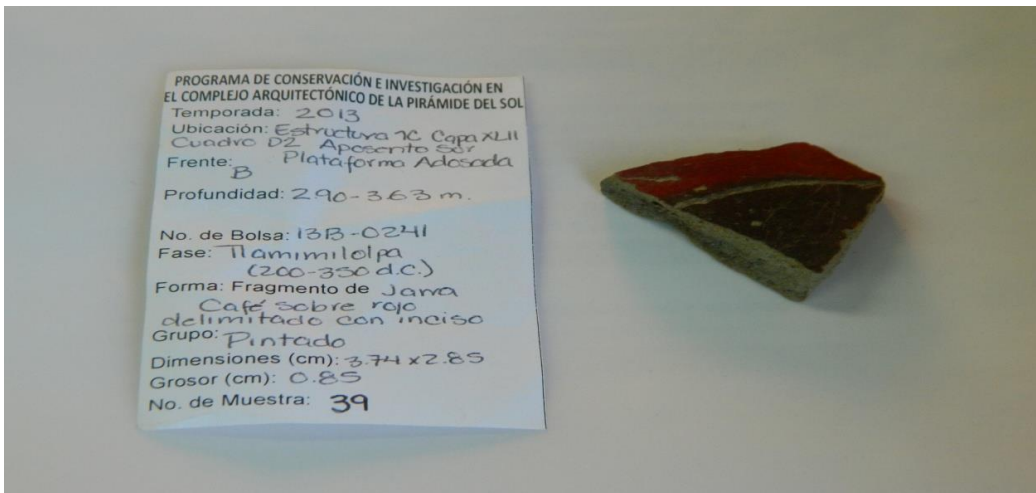


Figura 11- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 39B



Figura 12- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 41B

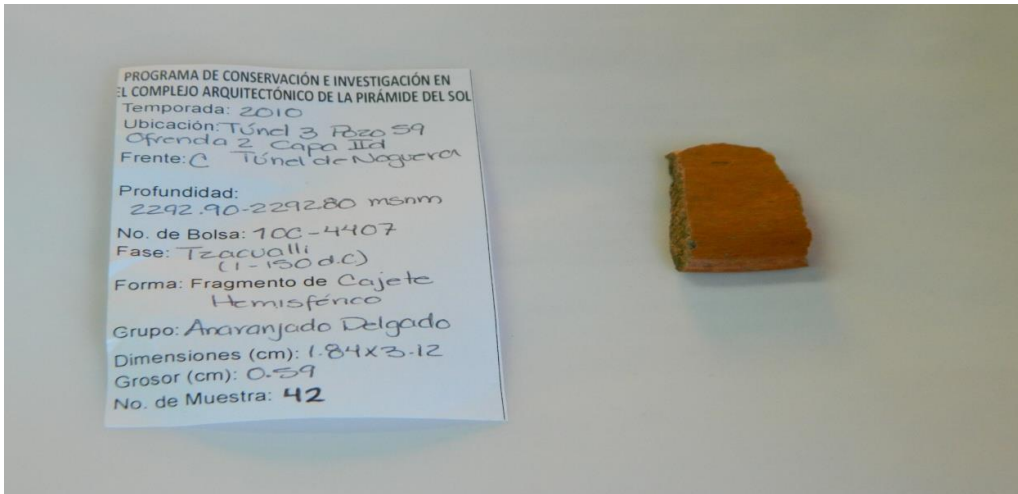


Figura 13- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 42B

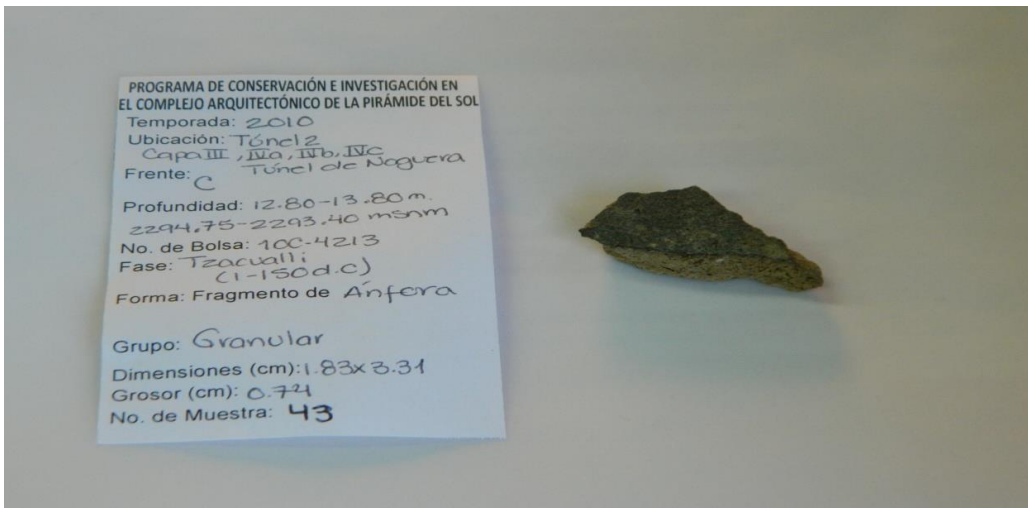


Figura 14- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 43B

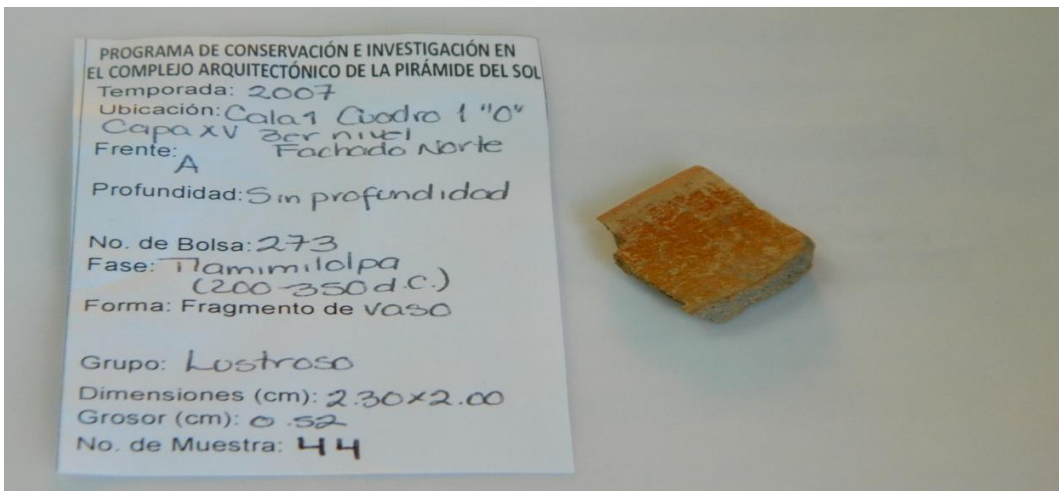


Figura 15- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 44B

Colección LC

Lote amarillo

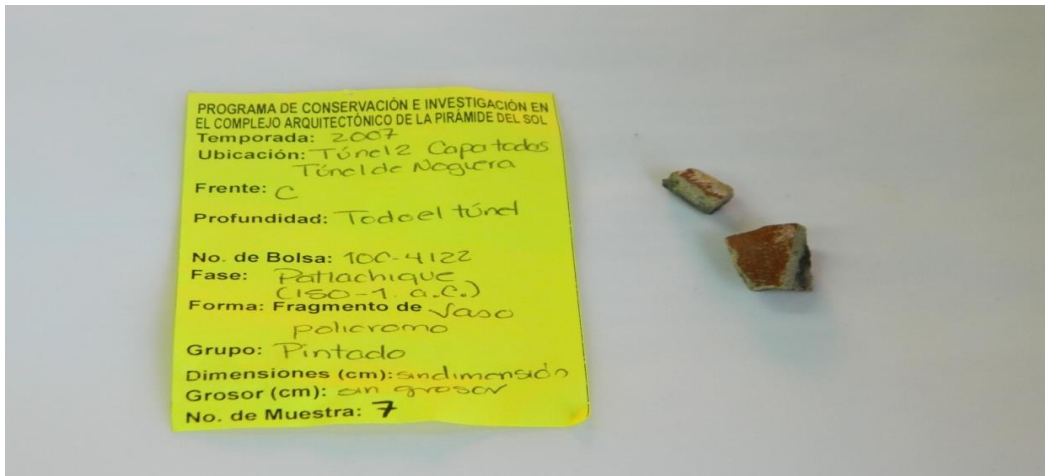


Figura 16- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 7A
Lote azul

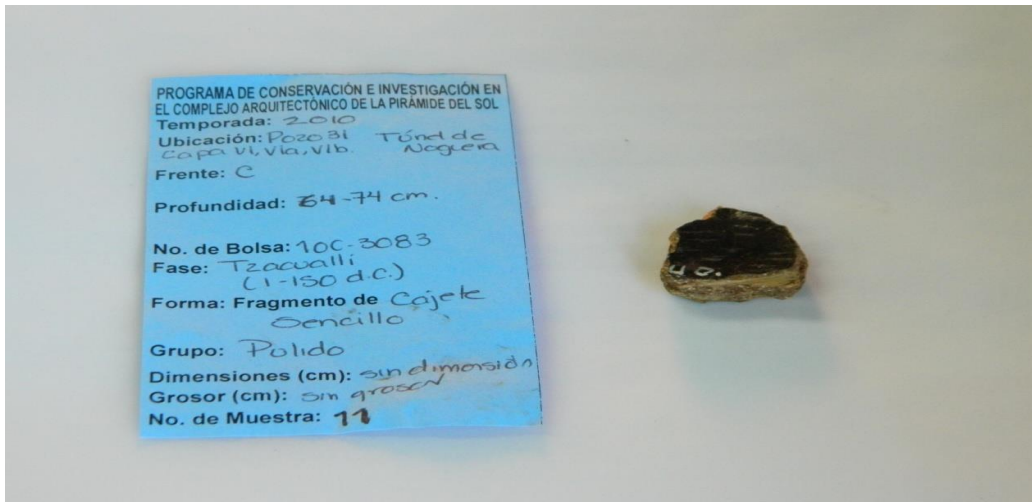


Figura 17- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 11A

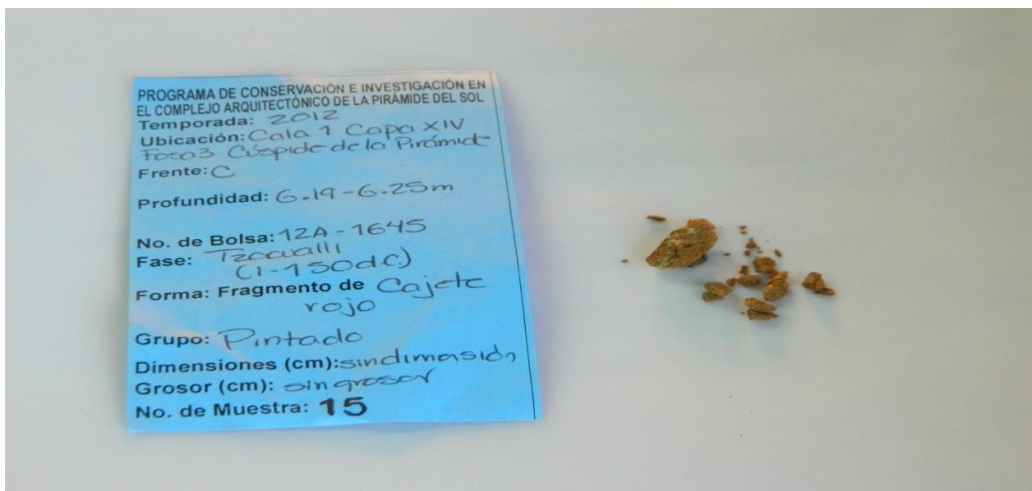


Figura 18- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 15A

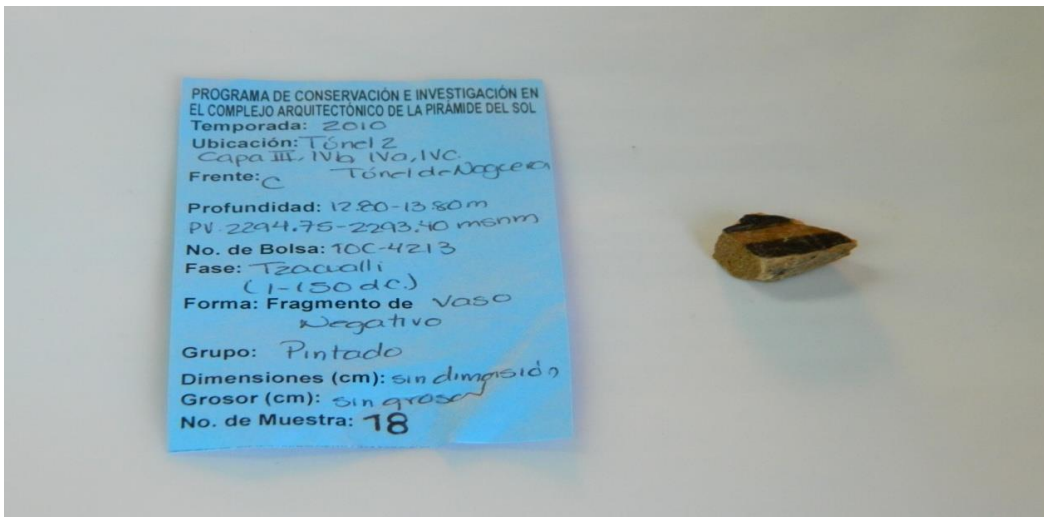


Figura 19- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 18
Lote crema

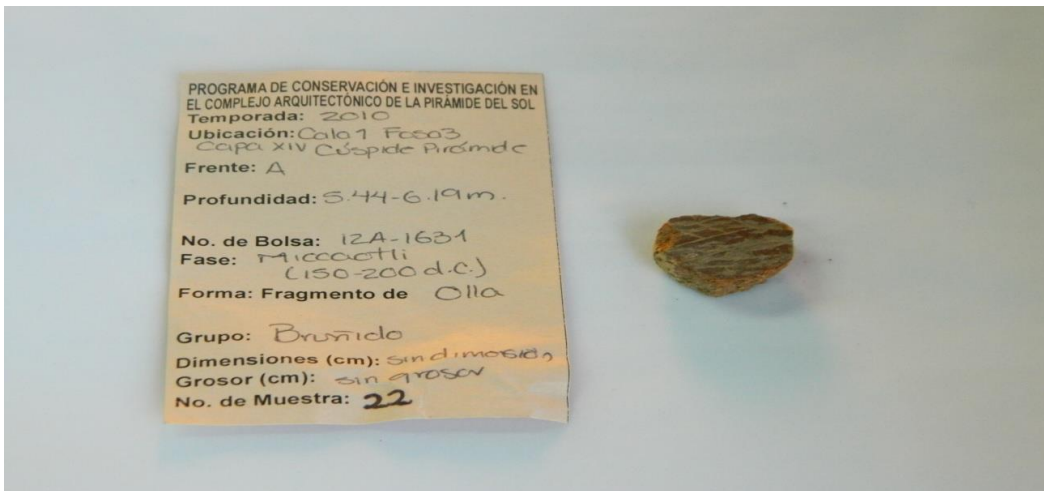


Figura 20- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 22C

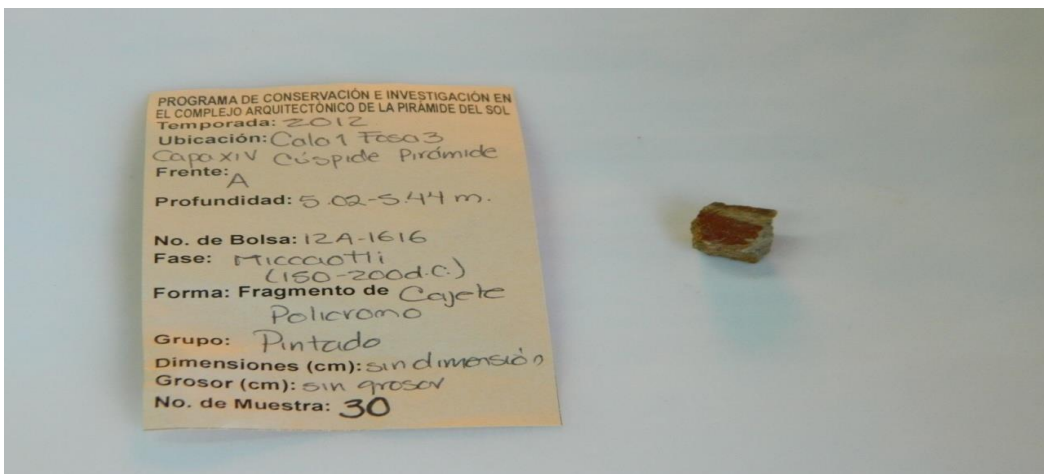


Figura 21- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 30C

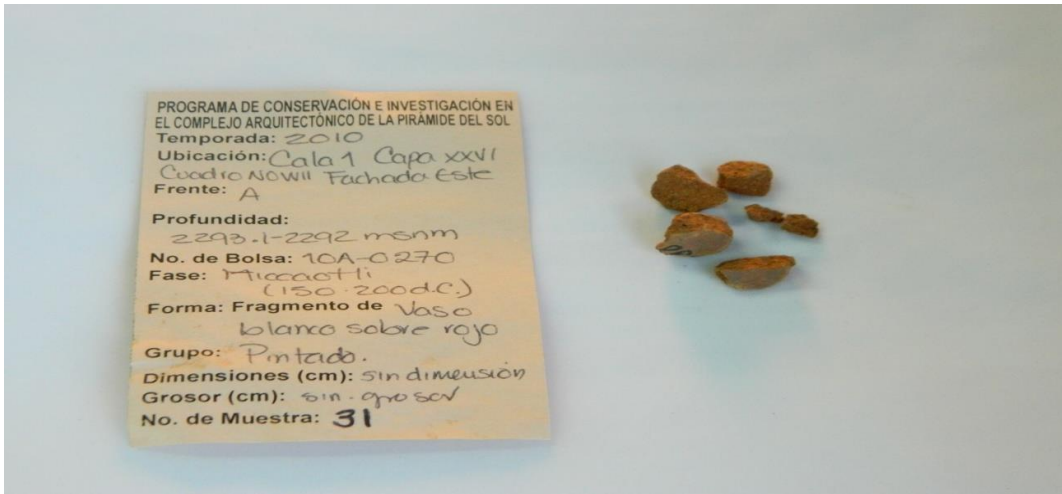


Figura 22- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 31C
 Lote naranja

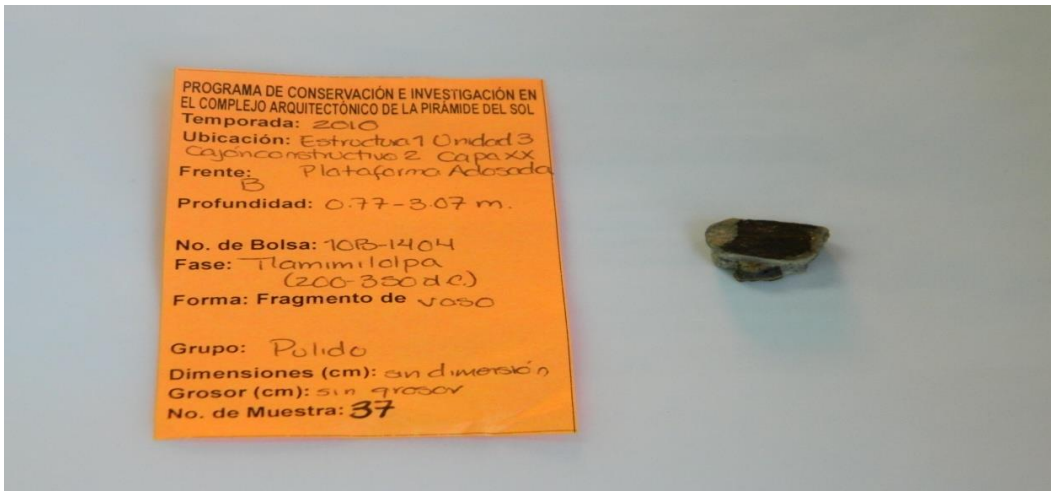


Figura 23- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 37N

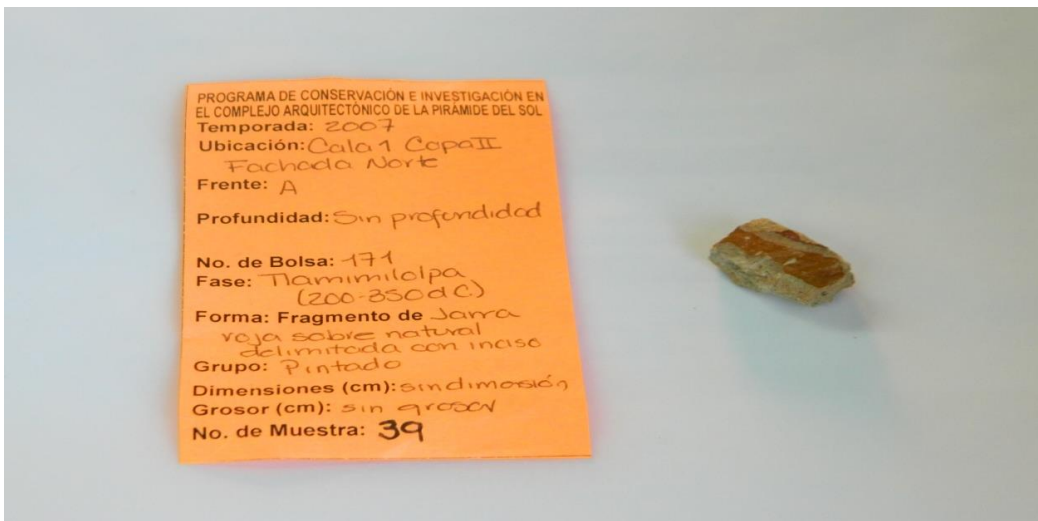


Figura 24- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 39N

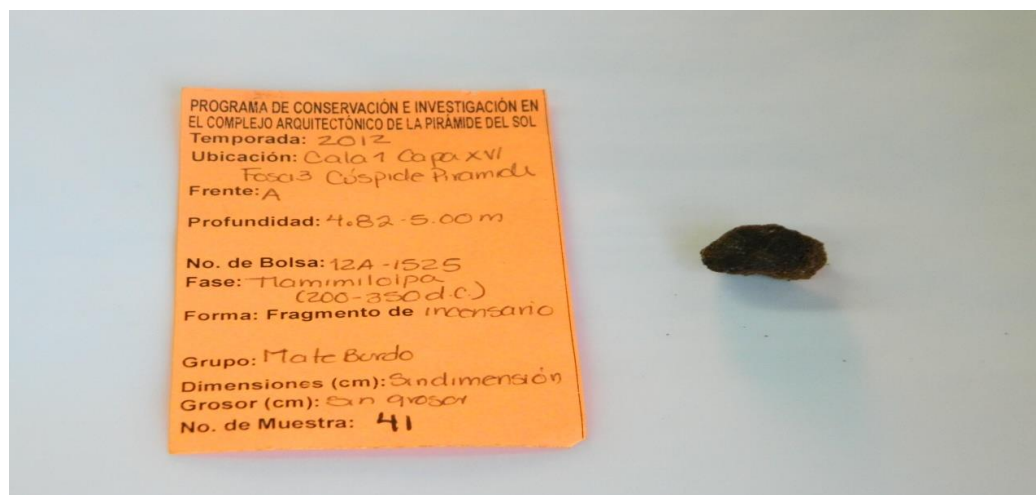


Figura 25- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 41N
Lote rosado

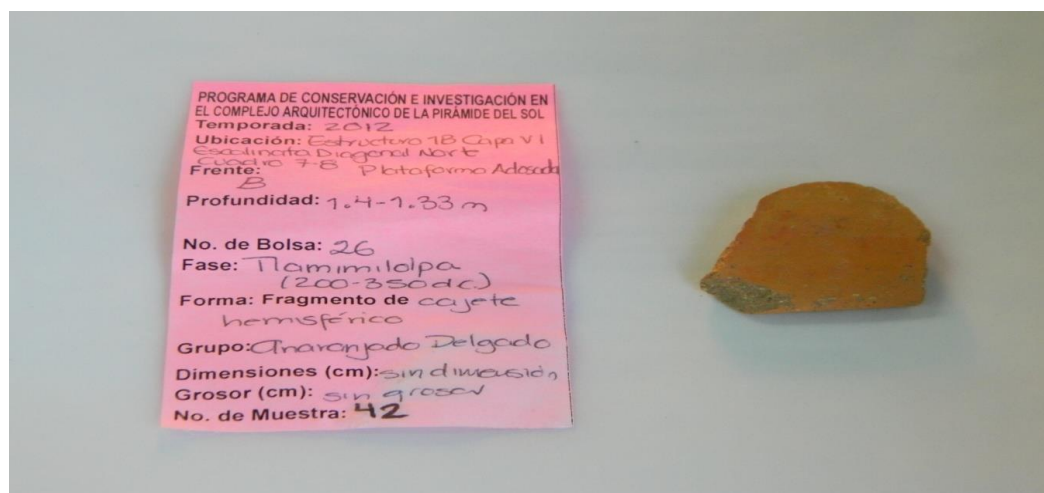


Figura 26- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 42R

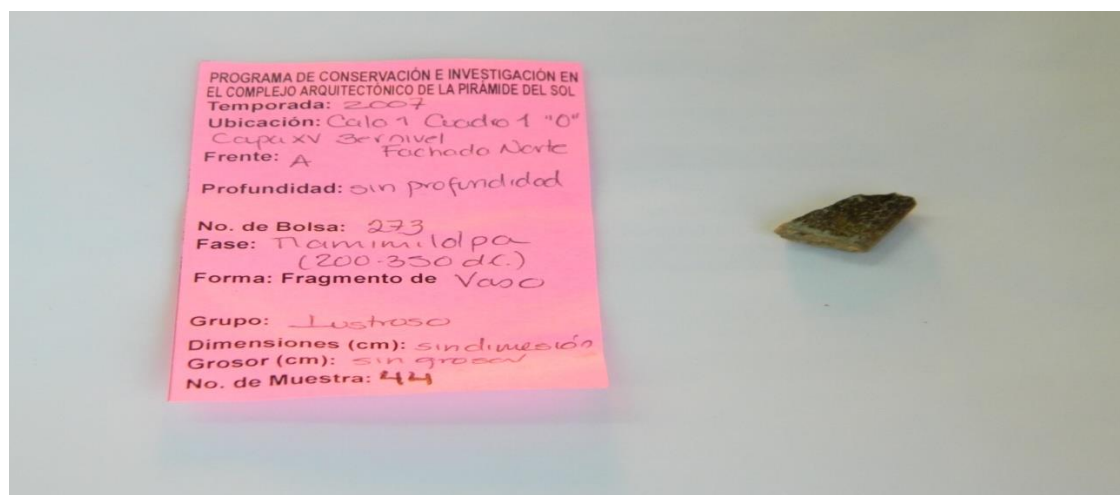


Figura 27- Datos arqueológicos y descripción de la muestra 44R

Colección 2

Fase: Patlachique

Acabado, periodo: Pintado, 150-1 a.C.

Muestras obtenidas:

1. Negro en superficie (06PA-N)
2. Pasta natural (06PA-P)
3. Mezcla de superficie en negro y pasta (06PA-M)

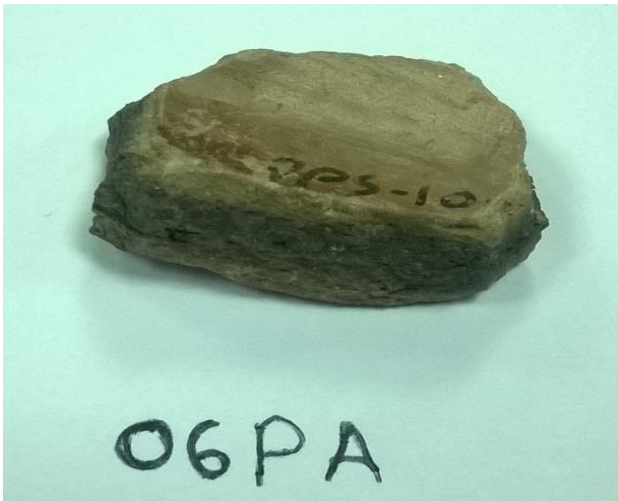


Figura 28- Muestra Patlachique

Fase: Patlachique

Acabado, periodo: Pulido, 150-1 a.C.

Muestra obtenida: Pasta natural (04PA-P)



Figura 29- Muestra Patlachique 04

Fase: Patlachique

Acabado, periodo: Pintado, 150-1 a.C.

Muestras obtenidas:

1. Pasta natural (O7PA-P)
2. Rojo en superficie (O7PA-R)

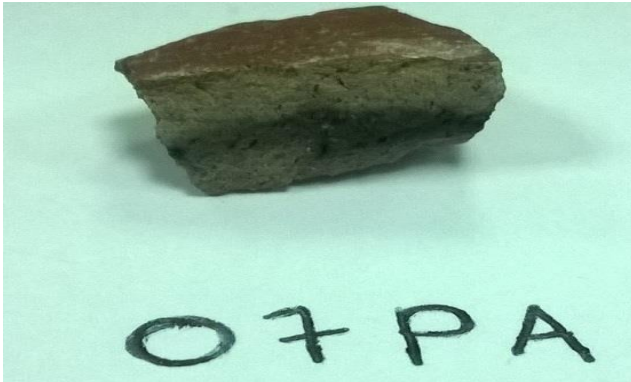


Figura 30- Muestra Patlachique 07

Fase: Tzacualli

Acabado, periodo: Pintado, 1-150 d.C.

Muestras obtenidas:

1. Pasta natural (15TZ-P)
2. Rojo en superficie (15TZ-R)



Figura 31- Muestra Tzacualli 15

Fase: Tzacualli

Acabado, periodo: Pulido, 1-150 d.C.

Muestras obtenidas:

1. Pasta natural (11TZ-P)



Figura 32- Muestra Tzacualli 11

Fase: Tzacualli

Acabado, periodo: Pintado, 1-150 d.C.

Muestras obtenidas:

1. Negro en superficie (18TZ-N)
2. Pasta natural (18TZ-P)



Figura 32- Muestra Tzacualli 18

Fase: Miccaotli

Acabado, periodo: Policromo pintado, 150-200 d.C.

Muestras obtenidas:

1. Rojo en superficie (30MI-R)
2. Pasta natural (30MI-P)



Figura 33- Muestra Miccaotli 30

Fase: Miccaotli

Acabado, periodo: Bruñido, 150-200 d.C.

Muestras obtenidas:

1. Pasta natural (22MI-P)



Figura 34- Muestra Miccaotli 22

Fase: Miccaotli

Acabado, periodo: Pintado, 150-200 d.C.

Muestras obtenidas:

1. Mezcla de superficie y pasta (31MI-M)



Figura 35- Muestra Miccaotli 31

Fase: Tlamimilolpa

Acabado, periodo: Pintado, 200-350 d.C.

Muestras obtenidas: 1. Pasta natural (39TL-P)

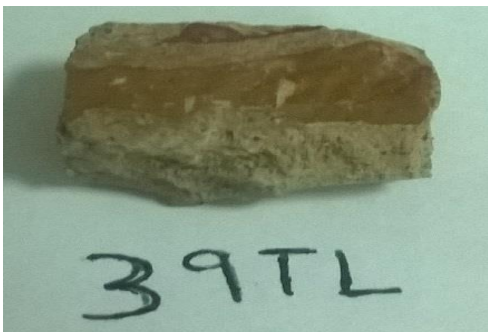


Figura 36- Muestra Tlamimilolpa 39

Fase: Tlamimilolpa

Acabado, periodo: Mate burdo, 200-350 d.C.

Muestras obtenidas: Mezcla de superficie y pasta (41TL-R)



Figura 37- Muestra Tlamimilolpa 41

Fase: Tlamimilolpa

Acabado, periodo: Pulido, 200-350 d.C.

Muestra obtenida: Pasta natural (37TL-P)

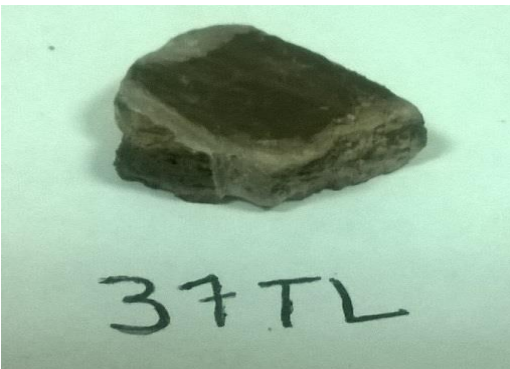


Figura 38- Muestra Tlamimilolpa 37

Colección foráneas

Fase: Tlamimilolpa

Acabado, periodo: Lustroso, 200-350 d.C.

Muestra obtenida: Pasta natural (44TL-P)

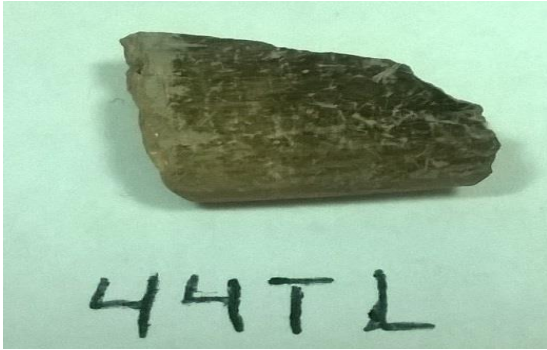


Figura 39- Muestra Tlamimilolpa 44

Fase: Tzacualli

Acabado, periodo: Granular, 1-150 d.C.

Muestra obtenidas: Pasta natural (43TZ-G)

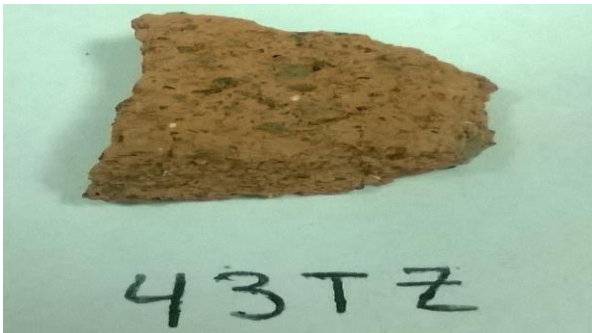


Figura 40- Muestra Tzacualli 43

Fase: Tlamimilolpa

Acabado, periodo: Anaranjado delgado, 200-350 d.C.

Muestra obtenidas: Pasta natural 43TZ-6

APÉNDICE B: Glosario

Aerosol: es una fina niebla de gotas creadas por un nebulizador.

Exactitud: proximidad entre el resultado de una medición y el valor verdadero del mensurando.

Límite de cuantificación: es la menor cantidad que puede ser determinada cuantitativamente con una incertidumbre asociada, para un dado nivel de confianza.

Límite de detección: es la menor cantidad que puede ser distinguida del fondo con cierto nivel de confianza especificado.

Linealidad de un método: define su aptitud para obtener resultados proporcionales a la concentración del analito.

Matriz: Son los componentes distintos a los elementos de interés. La matriz puede cambiar sustancialmente los resultados obtenidos debido a la interferencia espectral o cambio de viscosidad.

Plasma de argón: es gas de argón altamente ionizado a una temperatura de 10000 k que contiene aproximadamente la misma cantidad de iones y electrones lo cual le da la característica de neutro.

Precisión: es una medida de cuán cerca están los resultados unos de otros, y generalmente se expresa por medidas como la desviación estándar, que describe la dispersión de los resultados.

Rango lineal: rango de concentraciones de analito para los cuales el método brinda resultados proporcionales a la concentración

Recuperación: fracción del analito que se agrega a una muestra de ensayo (fortificada o "spiked") antes del análisis.

Repetitividad: es la más pequeña precisión esperada. Da una idea del tipo de variabilidad que se puede esperar cuando el método es desarrollado por un mismo analista en un mismo equipo a lo largo de un periodo de tiempo corto. Ejemplo, la variabilidad esperada entre los resultados cuando la muestra es analizada por duplicado

Reproducibilidad: es la precisión más grande esperada. Una muestra analizada por varios laboratorios. Formalmente, excluye la variación respecto al tiempo.

Robustez: medida de la capacidad de un procedimiento analítico para no ser afectado por variaciones pequeñas pero deliberadas en los parámetros del método y que provee una indicación de su fiabilidad durante su uso habitual.

Sensibilidad: Cambio en la respuesta de un instrumento de medición dividido por el cambio en el estímulo correspondiente.

Solución estándar: es una solución con una concentración conocida con precisión y certificada que se usa en la calibración de un instrumento de medición.