

103
2e



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

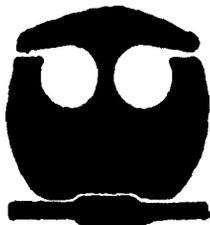


SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA
SECRETARÍA DE CULTURA

ANALISIS ESTRUCTURAL DE MATERIALES
DE CONSTRUCCION PREHISPANICA

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERA QUIMICA
P R E S E N T A:
MARGARITA ORTIZ ROJAS



MEXICO, D. F.

1998

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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.

TESIS

COMPLETA

JURADO ASIGNADO

PRESIDENTE: Prof. Cira Piña Pérez
VOCAL: Prof. María Asunción Castellanos Román
SECRETARIO: Prof. Victor Manuel Castaño Meneses
1er. SUPLENTE Prof. José de Jesus García Valdez
2do. SUPLENTE Prof. María Elena Villafuerte y Castrejón

SITIO DONDE SE DESARROLLO LA TESIS

Instituto de Física, UNAM.

ASESOR



Dr. Victor Manuel Castaño Meneses

SUPERVISOR TECNICO



M en C. Ventura Rodriguez Lugo



SUSTENTATE

Margarita Ortiz Rojas

*La práctica del cambio es el título, la mente
no creadora puede detectar malas
respuestas, pero es necesario una mente
creadora para descubrir malas preguntas.*

Anthony Jay, Managementi Machiavelli

A Dios

por haberme permitido alcanzar una meta más, en mis estudios.

A mis Padres

Margarita Rojas Chavez

José Ortiz Quiroz

por todo su apoyo durante mis estudios, y por su gran amor.

A mis hermanas

Gloria y Arminda

A mis hermanos

Saul, José y Enrique

A mis sobrinos

Pablo, Dulce y Mariana

A mis cuñadas

Rosa Maria y Juana

A Martín Rivera Toledo

por su paciencia, apoyo, comprensión y sobre todo por su amor durante toda la carrera.

A mis tíos

Manuel, Yolanda, Dario y Bertha

por que siempre se mantenga la familia unida.

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer a todas las personas que me ayudaron, en la utilización de los diferentes equipos de cada técnica, ya que sin su ayuda no hubiera sido posible la realización de la presente tesis.

De forma muy especial a el Dr. Victor Castaño, por su amable atención, así como su apoyo y tiempo dedicado durante la realización de la presente tesis

A los sinodales Dra. Cira Piña y a la M en C. María Asunción Castellanos, por sus valiosos comentarios, así como el tiempo dedicado en leer el presente trabajo.

Al M en C. Ventura Rodriguez Lugo, por todo el apoyo recibido e interés durante el desarrollo del presente trabajo y sobre todo por su amistad.

Al M en C. Salvador Viquez, por su amistad y ayuda desinteresada.

A la IQ. Lidia Ortiz Velazquez, por que hemos hecho un buen equipo, por todo su apoyo incondicional, y sobre todo por su amistad.

A el Dr. Javier Miranda, sus valiosos comentarios y el apoyo recibido para el uso del acelerador para el método PIXE.

A la M en C. Jaqueline Cañetas, por los valiosos resultados de SEM, por ser una excelente técnica y sobre todo por su amistad.

A el Sr. Karim López, por la ayuda técnica en el uso del acelerador, para el método PIXE

A el Sr. Edilberto Hernández, por las facilidades dadas en el difractómetro de rayos X.

A el Dr. José Reyes, por las facilidades para el uso del cuarto oscuro.

A el Sr. Pedro Mexia, por todo el apoyo y enseñanza en el revelado e impresión de fotografías.

A la Dra. Ma. Antonieta Mondragón, en la obtención de resultados y por su ayuda técnica en el manejo del equipo por el método de espectroscopía infrarroja.

Al M en C. José Ocotlan, por la obtención de resultados en el análisis TGA.

A la IQ. Leticia Baños, por la obtención de resultados por difracción de rayos X.

A la Sra. Martha Romero, por todo su apoyo durante mi estancia en el instituto.

A el Sr. Rafael Puenie, por el apoyo recibido en el trabajo de fotocopiado

A el Sr Edgar Méndez, por ser un buen técnico y una gran persona.

A el Sr. Alfredo Sánchez, por su ayuda en el trabajo de fotografía.

Agradezco de forma especial a el Dr. Fernando Alba, por todo su apoyo.

A mis amigos

Veronica Hernández, Pilar Gaytan, Angélica Sanchez, Martha García, Lucía Peralta, Rebeca Dfaz, Norman García, Gilberto Mondragón, Raul Serrano, Mariana Olvera, Alejandro Ferreira, Javier Padilla, Jesus Arenas, Manuel Olivares, Manuel Espinoza, Carolina Arredondo, Isidro, Adrian...

por todo su apoyo, compañerismo y sobre todo por los gratos momentos que hemos compartido.

Al proyecto IN502394 auspiciado por DGAPA por el apoyo económico durante la realización del presente trabajo.

INDICE

INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO I.- ARQUITECTURA PREHISPÁNICA DE XOCHICALCO	
1.1 Origen	7
1.2 Técnicas de construcción	11
1.3 Influencias arquitectónicas	12
1.3.1 Arquitectura de Teotihuacán	12
1.3.2 Arquitectura en la zona Maya	14
CAPÍTULO II.- ESPECTROSCOPIA INFRARROJA	
2.1 Antecedentes teóricos	16
2.2 Preparación de muestras	18
2.3 Resultados	19
2.4 Análisis de resultados	24
CAPÍTULO III.- DIFRACCIÓN DE RAYOS X	
3.1 Antecedentes teóricos	25
3.2 Preparación de muestras	27
3.3 Resultados	28
3.4 Análisis de resultados	36

CAPÍTULO IV.- MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

4.1 Antecedentes teóricos	37
4.2 Preparación de muestras	39
4.3 Resultados	40
4.4 Análisis de resultados	49

CAPÍTULO V.- ANÁLISIS POR PIXE

5.1 Antecedentes teóricos	50
5.2 Equipo utilizado	53
5.3 Preparación de muestras	54
5.4 Resultados	55
5.5 Análisis de resultados	64

<i>APÉNDICE I</i>	66
--------------------------	-----------

<i>CONCLUSIONES</i>	72
----------------------------	-----------

<i>APÉNDICE II</i>	75
---------------------------	-----------

<i>REFERENCIAS</i>	86
---------------------------	-----------

INTRODUCCIÓN

En la actualidad, la investigación científica ha alcanzado enorme importancia, junto con otras ramas de la cultura, ambas se unen para realizar propósitos ambiciosos que requieren de una colaboración multidisciplinaria con la finalidad de obtener resultados óptimos. Gracias a esto se ha logrado que en los últimos tiempos la ciencia tenga un gran avance.

Parte de estos alcances se han logrado en la ciencia de materiales. Mismos que van acompañados de técnicas analíticas, que se aplican con el fin de realizar caracterización a los materiales, y de esta forma conocer sus propiedades tanto físicas como químicas. Una vez conocidas las propiedades del material se podrán hacer posibles modificaciones a los materiales en usos específicos, y así poder procesarlos haciéndolos útiles e integrándolos a nuestra vida cotidiana.

Debido a la importancia cultural y la riqueza histórica con la que cuenta nuestro país, se hace necesaria la investigación sobre análisis de objetos arqueológicos, es de interés determinar el origen de estos materiales, y con tal información se conocerá el tipo de vida, religión, costumbres, relación comercial entre las civilizaciones contemporáneas, etc.

La complejidad que presenta la caracterización de los materiales provenientes de la naturaleza, provoca que se empleen diversas técnicas de caracterización, por tal motivo en el presente trabajo se realizó la caracterización de muestras de estuco¹, argamasa¹ y techos de la zona arqueológica de Xochicalco, localizada en el estado de Morelos, las muestras de estudio fueron proporcionadas por el Instituto Nacional de Antropología e Historia (INAH), del proyecto especial de Xochicalco. Tal proyecto se llevó a cabo en el período 1993 - 1994, en donde se realizaron excavaciones, en las cuales se descubrieron diversas construcciones.

¹ Consultar apéndice

INTRODUCCIÓN

Los centros arqueológicos han tenido grandes deterioros provocados por su antigüedad, y el efecto por el medio ambiente que los rodea, este problema ha ido en aumento, y es por ello que cada vez se vuelve mas necesario realizar estudios para su mejor conservación, ya que al conocer el tipo de materiales de los cuales están constituidos, se realizarán trabajos de restauración.

Por tal motivo el objetivo de este trabajo es determinar la composición química y características microestructurales de las muestras de estudio por medio de la caracterización de materiales, con el propósito fundamental de que en trabajos posteriores, se empleen estos estudios para hacer una mejor restauración y conservación del centro arqueológico, permitiendo de esta manera rescatar las riquezas históricas de nuestro país.

Para realizar el presente trabajo se aplicaron diferentes técnicas de caracterización mismas que se describirán en su capítulo correspondiente, por tal motivo este trabajo contiene cinco capítulos y se estructuraron de la forma siguiente.

Capítulo I.- Se llevó a cabo una descripción sobre la arquitectura, así como las semejanzas e influencias de algunas zonas arqueológicas.

Capítulo II.- Se realizó un análisis cualitativo sobre la composición de las muestras de estudio, por medio de espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).

Capítulo III.- Se hizo un análisis de difracción por Rayos X, para detectar las fases cristalinas que se encuentran en las muestras de estudio (DRX).

Capítulo IV.- Se utilizó Microscopía electrónica de barrido (SEM), esta técnica permitió observar el tamaño y morfología para cada tipo de muestra.

INTRODUCCIÓN

Capítulo V.- Al aplicar la técnica PIXE (Particle Induced X- Ray Emission), permitió obtener información cuantitativa elemental de las muestras, además de contar con la ventaja de que ésta técnica es no destructiva debido a que se puede llevar a cabo el análisis, sin necesidad de destruir la muestra.

Apéndice I.- Se discuten los análisis por difracción de Rayos X y análisis termogravimétrico (TGA) en donde se pretende buscar un cambio de fase, para observar el comportamiento del material a altas temperaturas.

Finalmente, se dan las conclusiones sobre los resultados obtenidos en cada técnica.

Apéndice II.- Se dan las diferentes descripciones de cada uno de los grupos mineralógicos encontrados así como la descripción de cada tipo de muestras estudiadas.

En tal estudio se caracterizaron las diferentes muestras de estuco, argamasas y techos para tener un mejor conocimiento en cuanto a la naturaleza de sus componentes, cada grupo tiene características físicas diferentes, como se pueden observar en las figuras 1, 2 y 3.

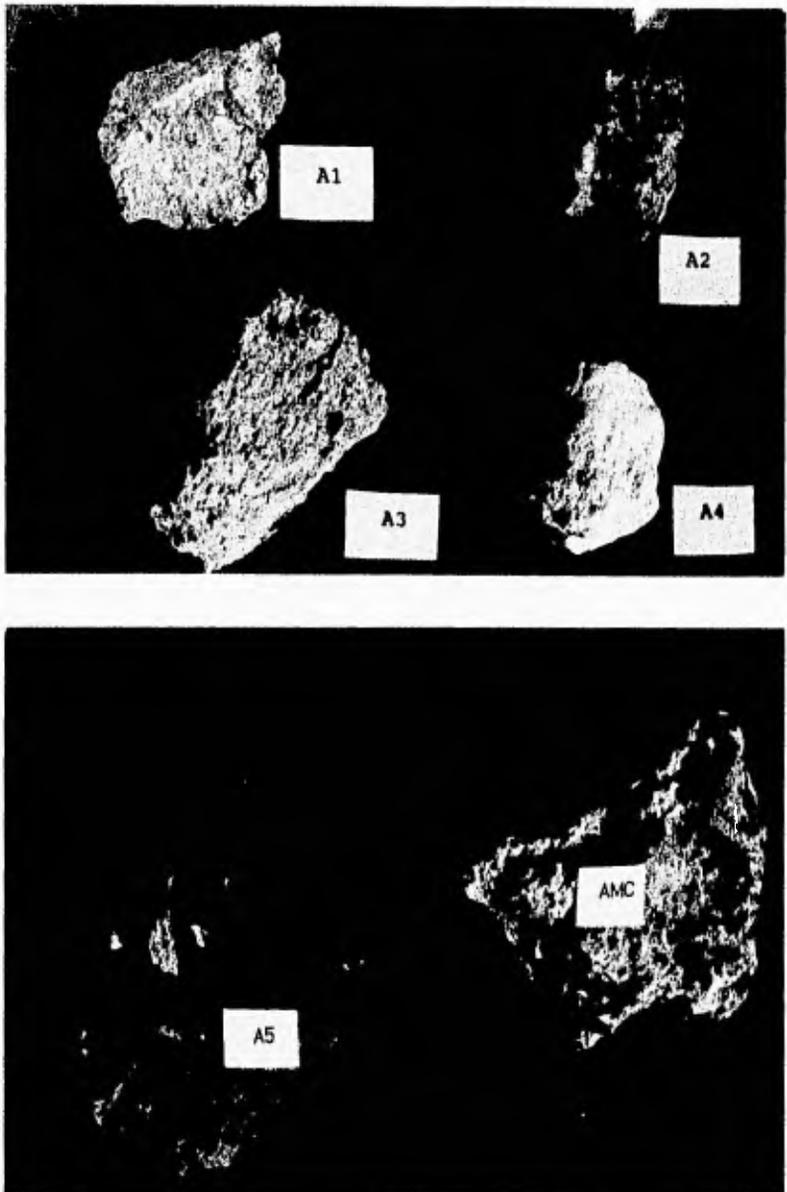


Figura 1.- Muestras de argamasa

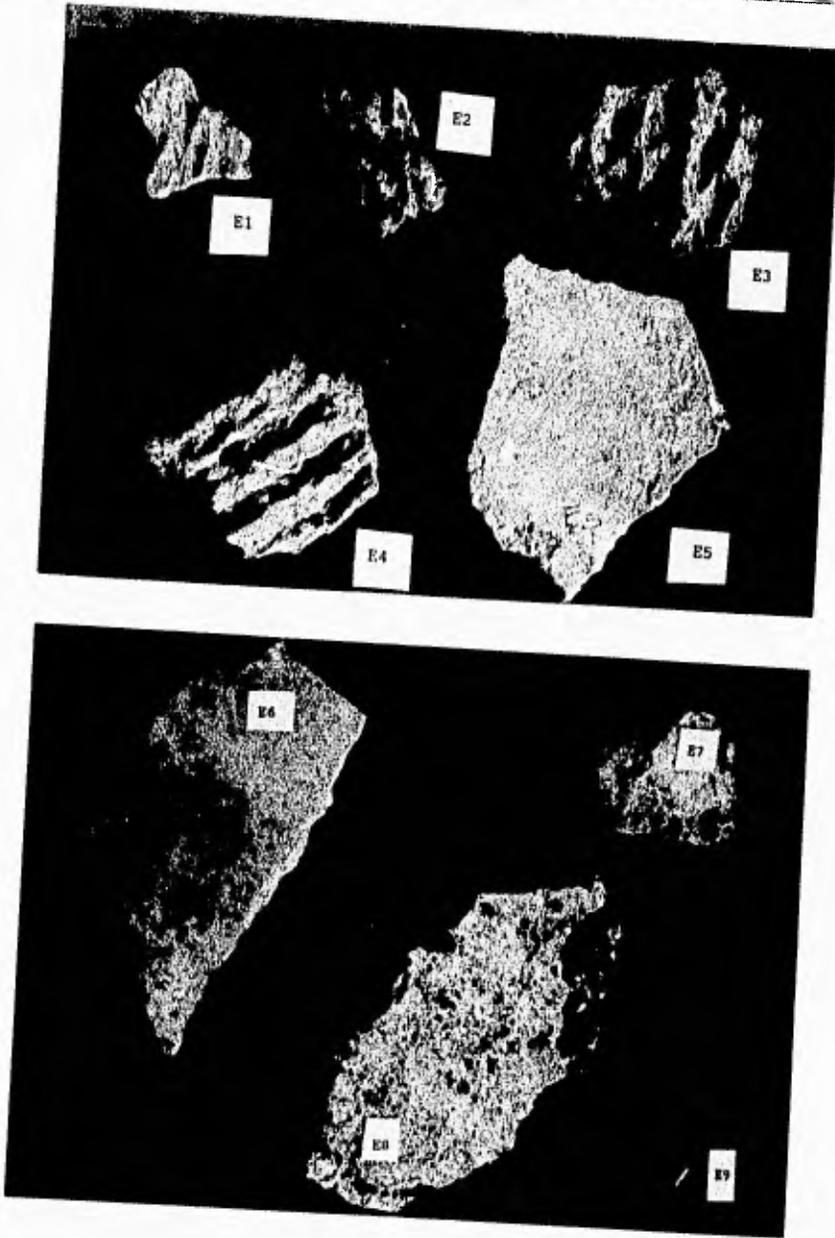


Figura 2.- Muestras de estuco

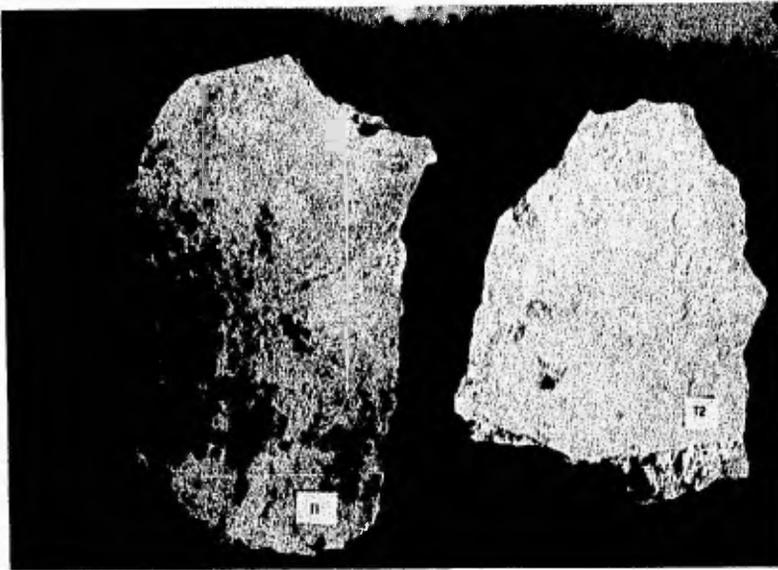


Figura 3.- Muestras de techo

CAPITULO I

**ARQUITECTURA PREHISPANICA DE
XOCHICALCO**

CAPITULO I

ARQUITECTURA PREHISPÁNICA DE XOCHICALCO

1.1 ORIGEN

Xochicalco, cuyo nombre significa " El lugar de la casa de las flores" [1], tiene su desarrollo al final del período clásico teotihuacano y durante el tiempo que duro el epiclásico que tuvo lugar entre los años 600 y 900 d.C.

El análisis de su arquitectura y cerámica ha permitido determinar que dicho lugar tuvo florecimiento entre los siglos VII y X d.C. Durante la decadencia Teotihuacana fue un centro político importante.

Por su posición geográfica tiene una gran influencia cultural con algunas porciones del estado de Guerrero que llegan hasta la costa, por la depresión del río Balsas y hasta el valle del Estado de México [2], además, tuvo contactos culturales con otras regiones de Mesoamérica, como la zona maya, la costa del Golfo, el valle de Oaxaca y la región Puebla - Tlaxcala. Estos contactos se perciben en algunos rasgos arquitectónicos y en la escultura de piedra y barro.

El cerro en que están edificados los monumentos es una prolongación de las montañas que se desprenden del Ajusco y se liga con la serranía de Chalma, por lo que se halla cerca de los límites de los estados de Guerrero y de México.

El sitio de Xochicalco se localiza a 60 Km de la ciudad de México y al centro de la porción occidental lo que hoy corresponde al Estado de Morelos [2], ver Fig 1.1

ARQUITECTURA PREHISPÁNICA DE XOCHICALCO

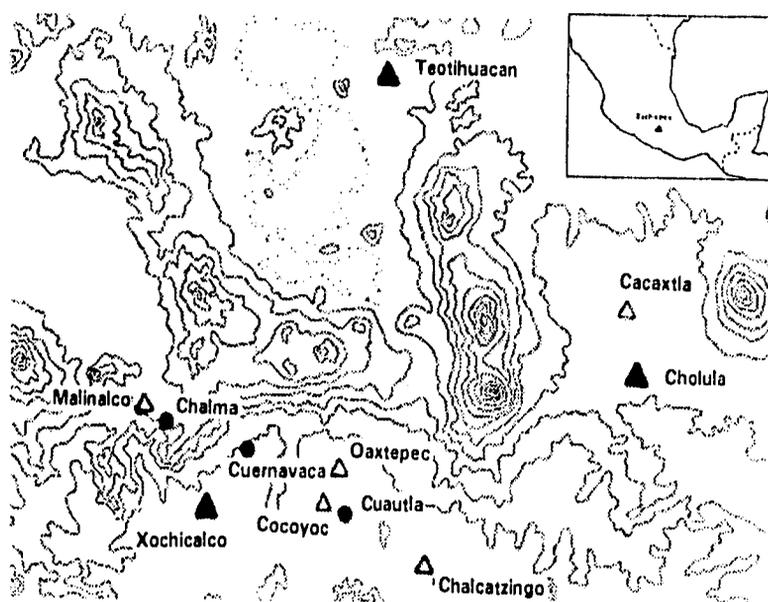


Figura 1.1 Localización de las principales zonas arqueológicas y algunas poblaciones actuales

Se encuentra en un pequeño valle que se extiende de este a oeste, que tiene un área aproximada de 100 Km². Este valle corresponde a la porción occidental de una gran red de barrancas que corren de norte a sur formando la gran región fisiográfica conocida como valle de Morelos de la cuenca de México, al norte que sirve para dividir la región simbiótica del México central en sus componentes norte sur.

La caída de Teotihuacán marcó el inicio del período llamado epiclásico. Al faltar la cabeza cultural de mesoamérica se produjo una inestabilidad política y económica que obliga a los pobladores a establecer sus ciudades en lugares fácilmente defendibles.

ARQUITECTURA PREHISPÁNICA DE XOCHICALCO

Xochicalco es uno de los más claros ejemplos de estructura militarista, ya que fue construida sobre un cerro con fortalezas, arreglado por medio de terrazas escalonadas, se aprovechó y regularizó las partes planas de acuerdo con la topografía del lugar, los fosos y sus accesos son muy restringidos. Se diseñó y construyó con un plan urbano global, sus altos muros sirvieron de defensa, los fosos tuvieron dos funciones, la de conducir y almacenar las aguas pluviales y la de protección.

En dicho lugar se tomó en cuenta el grado de pendientes de las laderas para proyectar el tamaño y la ubicación de los recintos ceremoniales, terrazas residenciales, accesos y murallas. Existen dos conjuntos arquitectónicos muy importantes y son la acrópolis y la plaza ceremonial. La estrategia de construcción para la modificación de las laderas del cerro fue consistentemente la misma. Se trazó el diseño global de la plaza o terraza, y los contornos naturales se modificaron a través del uso de muros de retención y de los rellenos para darle una forma ortogonal. Los contornos irregulares, o bien, el deseo de extender el área, hacía necesario construir terrazas. Se hicieron cortes horizontales en las partes irregulares, para lograr superficies planas y lisas, que después fueron cubiertas con estuco o tepetate triturado para formar los pisos. La presencia de rampas, zanjas, murallas y hasta construcciones de dos plantas, son manifiesto de las restricciones de la topografía irregular en la realización del diseño urbano, lo cual fue tomado en cuenta, por primera vez, en el siglo XVIII. El material más antiguo pertenece al preclásico tardío y terminal [2]. La formación del lugar está fuertemente plegada, compuesta por caliza alternando con capas de lutita. En la parte superior de la formación Xochicalco hay muchas hojas de pedernal intercaladas. Al oeste del cerro Xochicalco, donde pasa el río Tembembe aparece el grupo balsas, el cual es un conglomerado calizo y volcánico con limonita, arenisca, yeso, caliza lacustre, lava, brecha, toba basáltica y andesíticas¹.

¹ Consultar apéndice II

ARQUITECTURA PREHISPÁNICA DE XOCHICALCO

La mayor parte de la piedra trabajada que se usó en las construcciones residenciales del sitio fueron cortadas de las salientes de andesita del grupo balsas.

Hacia el este de Xochicalco se encuentra el grupo Chichinautzin, formado por lava basáltica y andesítica. Esta área es una posible fuente de basalto negro usado en la manufactura de metates y en las fachadas y/o esquinas de algunas estructuras, como la pirámide de las serpientes emplumadas [Fig 1.2].

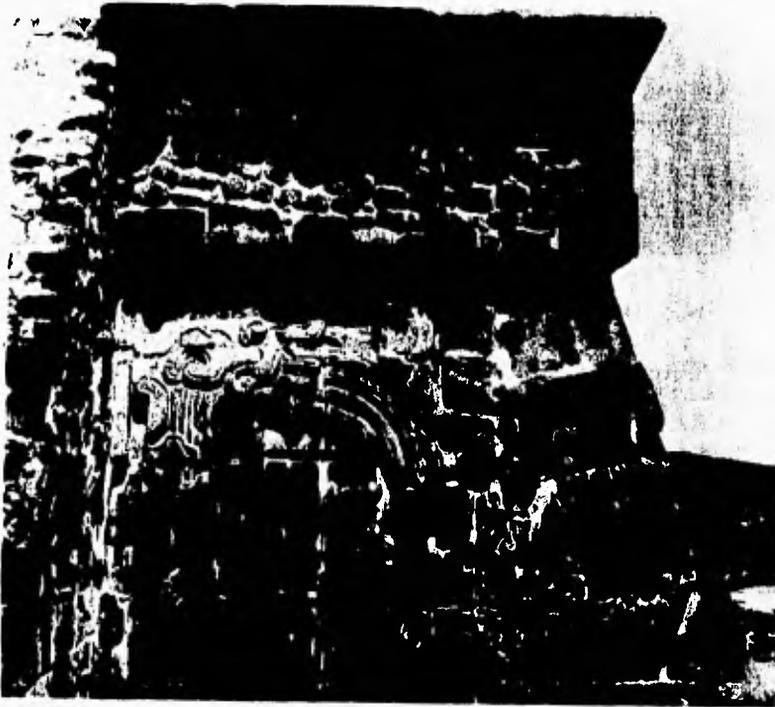


Figura 1.2 Pirámide de la serpiente emplumada

ARQUITECTURA PREHISPÁNICA DE XOCHICALCO

Cerca del pueblo de Tezoyuca, al este de Xochicalco hay varias minas de tezontle, este material se usó con frecuencia en la zona arqueológica para la preparación de pisos. A los alrededores de dicha zona, se ha encontrado la presencia de cal y yeso necesarios en la preparación del estuco.

1.2 TÉCNICAS DE CONSTRUCCIÓN

El sistema de construcción, consiste de un núcleo formado de barro y piedras, revestido por una capa más resistente, sobre la cual se aplicaba la piedra labrada que formaba el revestimiento si es que el edificio ó monumento lo ameritaba [Fig 1.2]. Las piedras son de dimensiones y formas variadas, pero perfectamente talladas en sus bordes, de manera que las juntas son perfectas. De los techos nada ha quedado, pero es seguro que fue de madera y terrado, debido a las grandes dimensiones del claro. Este tipo de construcción se puede observar en todos los edificios, también aparecen pequeños restos de pintura que se conservan [32], los relieves estuvieron pintados primitivamente de azul, verde, rojo, amarillo, negro y blanco, que después fueron cubiertos por capas de pintura roja en su totalidad [3].

Otro edificio importante, y que se debe señalar, es el juego de pelota, donde aparecen enormes muros revestidos de piedra, que sostienen la meseta, sirviendo de fondo. El patio del juego es un rectángulo muy alargado, que limita en cada lado por una banqueteta, su piso levantado sobre el nivel del mismo patio, está inclinado hasta llegar al muro en que están empotrados los anillos de piedra, propios del juego. Se ha podido apreciar que el monumento pasó por una serie de modificaciones, como el aumentar la altura de las banquetetas, agregar escalinatas, además de la reconstrucción de los pisos. En el lado sur del límite del campo de juego se encontró al pie de la escalinata que da acceso al muro un pórtico de piso estucado donde aparecieron las partes bajas de doce pilares de la planta cuadrada.

ARQUITECTURA PREHISPÁNICA DE XOCHICALCO

En varias construcciones se observa que tenían plataformas pequeñas, en las cuales se encontraron nichos que decoraban dichos lugares, se cree que los usaban para rendir culto a sus dioses. En otros sitios del lugar se han descubierto otros grupos de distribución semejante y parece que fueron formados por superposiciones consecutivas de estructuras.

Los aplanados de paredes y pisos estucados son característicos en las construcciones del lugar.

1.3 INFLUENCIAS ARQUITECTÓNICAS

Se debe destacar que otras zonas arqueológicas importantes como Teotihuacán y la zona Maya, tuvieron gran influencia en Xochicalco y esto se ha comprobado con su cerámica y arquitectura. Motivo por el cual se considero de importancia señalar las características de construcción de los lugares que tuvieron influencia en esta zona.

1.3.1 LA ARQUITECTURA DE TEOTIHUACÁN

La arquitectura de Teotihuacán consistió de la siguiente forma: los basamentos se componen de un núcleo de piedras irregulares unidas con lodo, en este se empotran lajas que soportan grandes tableros los que decoran cada uno de los monumentos, en muchos casos se levanta sobre la toba que forma el suelo natural o bien sobre un relleno de piedra que regulariza el terreno. En las construcciones más antiguas se utilizaba toba (tepetate) cortados y pegados con lodo, en la superficie se cubría con un aplanado de barro, sobre el cual se aplicaba directamente pintura. Además, construían muros con piedras irregulares unidas con lodo, escogiendo las que presentaban al exterior una superficie más o menos lisa, en las esquinas se recortaban bien las piedras por las dos caras exteriores y marcada la arista [3].

ARQUITECTURA PREHISPÁNICA DE XOCHICALCO

Los pisos están hechos sobre un relleno de piedra grande colocada y mezclada con lodo de tepetate molido que posteriormente era apisonado y después se extendía una capa fina de tezontle y cal para regularizar la superficie. Este último recubrimiento con una delgada capa de cal como acabado también se utilizaba en los aplanados, por lo que la cal se utilizaba como material de construcción.

Para levantar los grandes edificios, consistía en arreglar el terreno con una plataforma de piedra, sobre esta se levantaban grandes pilares formados por lajas de tepetate, estaban terminadas en la parte alta con un plano inclinado, los espacios eran llenados con barro y piedra, entre los cuales se colocaban troncos de árboles que llegaban a la plataforma.

Los muros construidos con lajas, formaban los cuerpos escalonados del edificio, se completaba con barro y piedras pequeñas, para los casos en que se revestía de piedra, los bloques de piedra labrada se iban acumulando empotrándola en el núcleo.

Cuando no se usa la piedra labrada para revestir el edificio, se optaba por el basamento que se compone de un Talud en la parte inferior, en la cual se empotra una laja, la que sostiene un tablero limitado en sus cuatro lados por una ancha moldura, este era totalmente aplanado con una mezcla gruesa de cal y tezontle, que ofrecía una gran resistencia.

Los muros se construían generalmente de barro limitados por aplanados y a veces se reforzaban por medio de vigas de madera empotrada. Los apoyos, pilares y columnas, presentaban el mismo procedimiento de construcción de los muros, los pisos estaban hechos del mismo modo que el aplanado, es decir de cal y fragmentos de tezontle. En cuanto a los techos eran seguramente de madera, ya que en las excavaciones aparecen fragmentos de vigas y troncos de madera carbonizados. Sin duda las vigas que se apoyaban en los muros o en las columnas y pilares recibían un arreglo. Los troncos de árbol cargaban el aplanado que formaba la superficie externa del techo e impedía la penetración del agua al edificio.

ARQUITECTURA PREHISPÁNICA DE XOCHICALCO

Los edificios contaban con un sistema de desagüe, que consistía en caños de sección rectangular, bien aplanados internamente y cubiertos con losas, que recogían el agua de los patios y descendían de las zonas por medio de canales.

1.3.2 LA ARQUITECTURA EN LA ZONA MAYA

El sistema de construcción en la zona Maya, básicamente consistía en la misma arquitectura de las zonas anteriormente mencionadas. Tanto los núcleos de basamento y muros, están formados de barro y piedra irregular. Hacían aplanados muy finos sobre la piedra aún labrada. Los techos de todos los edificios son de bóveda, las piedras de la bóveda asientan en las paredes del edificio, el material que los une entre sí y con el núcleo, son muy resistentes, tanto que aún se encuentran en buenas condiciones.

Las semejanzas de las zonas arqueológicas ya mencionadas con Xochicalco son:

- a) Que los pisos están hechos del mismo modo que el aplanado de muros.
- b) Los techos eran de madera, se encontraron fragmentos de esta carbonizada.
- c) El sistema de drenado está aplanado por estuco en la parte interior.

CAPITULO II

ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

CAPITULO II

ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

2.1 ANTECEDENTES TEORICOS

La técnica, (FTIR) espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier, es una herramienta útil para la caracterización de compuestos orgánicos e inorgánicos, cuando se irradia energía con luz infrarroja a un compuesto, este puede absorber radiación infrarroja, al llevarse a cabo la absorción la molécula se excita en un alto estado energético de vibración.

La espectroscopia infrarroja se usa para determinar los grupos mineralógicos presentes en una muestra [4], estos grupos vibran en forma única y característica de cada molécula, por tal razón se consideró necesario aplicar FTIR como técnica de caracterización para los materiales de estudio, además permite detectar compuestos a bajas concentraciones.

La región espectral del infrarrojo comienza en el visible a 13000 cm^{-1} hasta 10 cm^{-1} y en los intervalos siguientes se localizan las zonas de infrarrojo:

13000	a	4000 cm^{-1}	infrarrojo cercano
4000	a	200 cm^{-1}	infrarrojo medio
200	a	10 cm^{-1}	infrarrojo lejano

La región que más se utiliza comprende desde los 4000 a 400 cm^{-1} que es la zona de infrarrojo medio [7].

Las moléculas sólo pueden adquirir determinados valores discretos de energía que dependen de la estructura molecular, de las masas de los átomos, y la interacción con otras moléculas [5]. En la espectroscopía infrarroja, la absorción de la energía de radiación cambia con el estado de vibración de una molécula, estado que depende del número, la clase y las propiedades de los enlaces.

que ocurre por la rotación de la molécula o su vibración, que a su vez depende de la distribución de las cargas eléctricas en la molécula.

Las vibraciones pueden ser de tensión, cuando se modifica la longitud de enlace (estiramiento), y de deformación cuando se modifica el ángulo entre los enlaces [6]. Las vibraciones de tensión pueden ser simétricas o asimétricas, absorbiendo estas últimas a mayor frecuencia como se muestra en la Figura 2.1

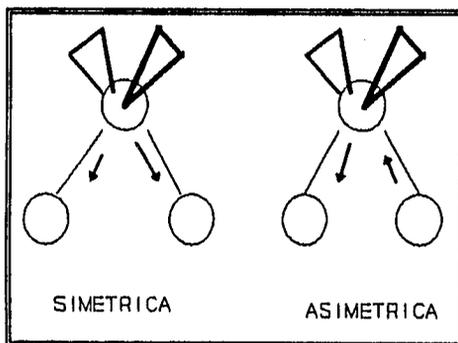


Figura 2.1 Vibraciones de tensión

Las vibraciones de deformación son menos comunes que las longitudinales, existen algunas que ocurren en el plano que contiene al ángulo de enlace (δ) y son de mayor frecuencia, esto se debe a que en las vibraciones en el plano de los enlaces hay mayor repulsión entre los grupos que se mueven, por consecuencia, se obtiene mayor frecuencia para vibrar, que las que ocurren fuera del plano (τ).

No todas las vibraciones absorben en el infrarrojo, ya que para transferir energía entre la radiación y la molécula que vibra, debe existir un acoplamiento eléctrico para lo cual debe haber durante la vibración un momento dipolar oscilante que interacciona con el campo eléctrico

de la radiación, por ello las moléculas diatómicas simétricas tales como H_2 , O_2 , no son activas al infrarrojo.

Las posiciones de los centros de gravedad de las cargas eléctricas positivas y negativas en una forma de vibración determinan el momento dipolar. Cuando los valores del momento dipolar en las posiciones extremas difieren, se producirá un campo eléctrico periódicamente cambiante alrededor de la molécula, como resultado, ocurrirá la absorción de la energía radiante en las frecuencias de vibración prevaleciendo una condición de resonancia.

2.2 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

La técnica utilizada fue el método de la pastilla de bromuro de potasio (KBr) esta técnica permite obtener espectros de la muestra sin interferencia de bandas de otras sustancias extrañas a la muestra de estudio tales como solventes o medios de suspensión.

Del cuidado puesto en la preparación de la muestra depende la calidad del espectro obtenido, basta con una pequeña porción de muestra para obtener un espectro de calidad [5].

Para llevar a cabo el análisis se tomaron diferentes zonas de la muestra, se mezclaron y molieron finamente hasta obtener un polvo perfectamente homogéneo.

- 1) Después de moler finamente la muestra, se toma aproximadamente 1 mg de la muestra en un mortero de agata limpio.
- 2) Con movimiento suave de la mano del mortero, se agrega una pequeña cantidad de KBr en proporción 1/10 sin moler, ya que si se hace molienda el KBr absorberá humedad [7].
- 3) Una vez obtenida la mezcla uniformemente homogeneizada, se traslada al portamuestras.

4) En el portamuestras la mezcla se distribuye en forma homogénea, luego se inserta poco a poco con una espátula, la superficie debe de ser perfectamente lisa, sin rajaduras ni hoyos.

La ventaja de usar este método es que tiene un mayor control de la distribución y concentración de la muestra, además hay mayor facilidad para examinar muestras pequeñas y guardarlas para futuros estudios o comparaciones, También detecta materiales con una concentración de 100 ppm. Para este análisis se utilizó el espectrómetro Nicolet 910 del IFUNAM.

2.3 RESULTADOS

Se interpretaron los espectros obtenidos en la experimentación, por medio de la comparación de números de onda teóricos [8] con experimentales, de esta forma se observó que las muestras constan de minerales tales como calcita, albita, anortita y cuarzo. Los espectros característicos se pueden observar en las Figuras 2.2, 2.3, 2.4 y 2.5, también se reporta la comparación de los resultados experimentales con los teóricos en las tablas 2.1, 2.2, 2.3 y 2.4. Y en la tabla 2.5 se reportan los grupos mineralógicos obtenidos en cada muestra.

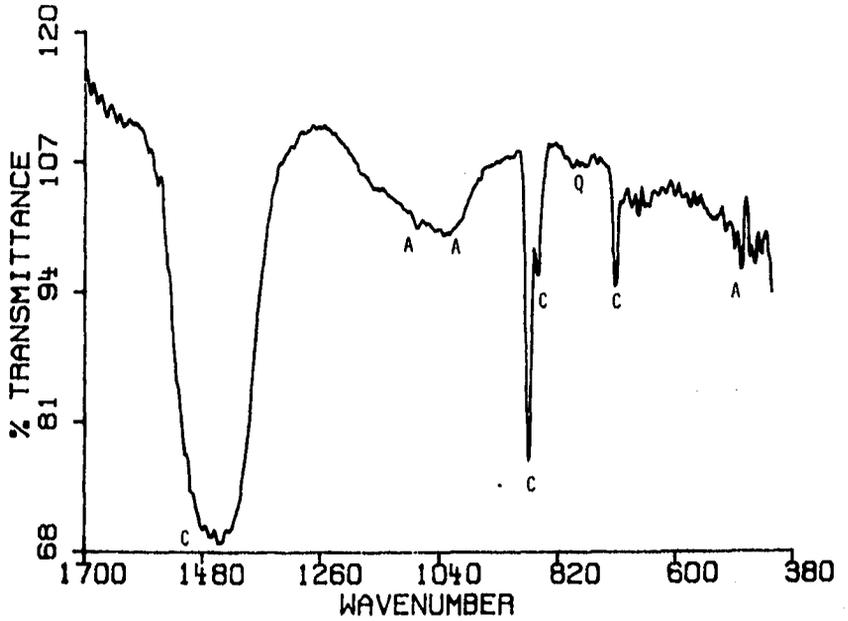


Figura 2.2 Espectro característico de la muestra de un estuco (E3)
 A - Anortita, C - Calcita, Q - Cuarzo.

Tabla 2.1 Comparación de numeros de onda teóricos y experimentales (No. de Onda cm^{-1})

MINERAL	No. ONDA EXPERIMENTAL	NO.DE ONDA TEÓRICA
CALCITA	1452	1422
ANORTITA	1081	1082
ANORTITA	1023	1020
CALCITA	876	876
CALCITA	848	848
CUARZO	780	798
CALCITA	713	712
ANORTITA	477	488

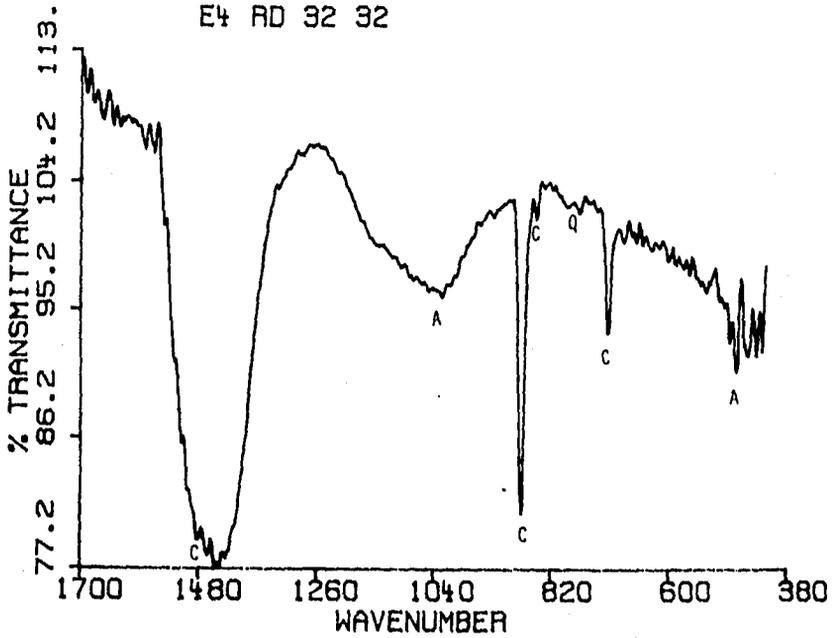


Figura 2.3. Espectro de la muestra E4, correspondiente a un estuco.
A - Anortita, C - Calcita, Q -Cuarzo.

Tabla 2.2 Comparación de numeros de onda teóricos y experimentales (No. de Onda cm^{-1})

MINERAL	No. DE ONDA EXPERIMENTAL	No. DE ONDA TEÓRICA
CALCITA	1452	1422
ANORTITA	1021	1020
CALCITA	876	876
CALCITA	848	848
CUARZO	765	778
CALCITA	713	712
ANORTITA	472	472

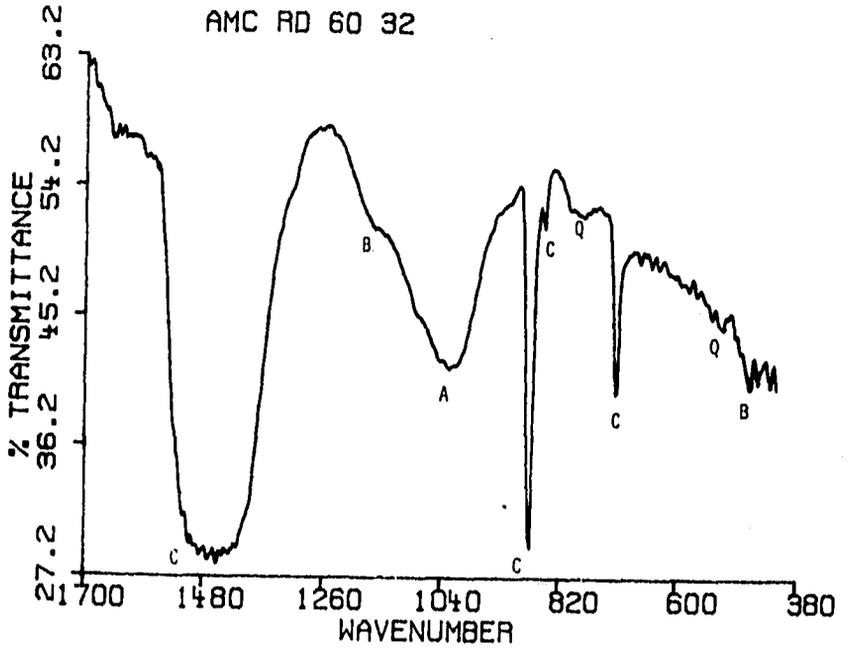


Figura 2.4. Espectro de una argamasa, muestra AMC
 B - Albita, A - Anortita, C - Calcita, Q - Cuarzo

Tabla 2.3 Comparación de numeros de onda teóricos y experimentales (No. de Onda cm^{-1})

MINERAL	No. DE ONDA EXPERIMENTAL	No. DE ONDA TEÓRICA
CALCITA	1452	1422
ALBITA	1159	1150
ANORTITA	1018	1020
CALCITA	873	876
CALCITA	848	848
CUARZO	770	778
CALCITA	713	712
CUARZO	517	512
ALBITA	467	467

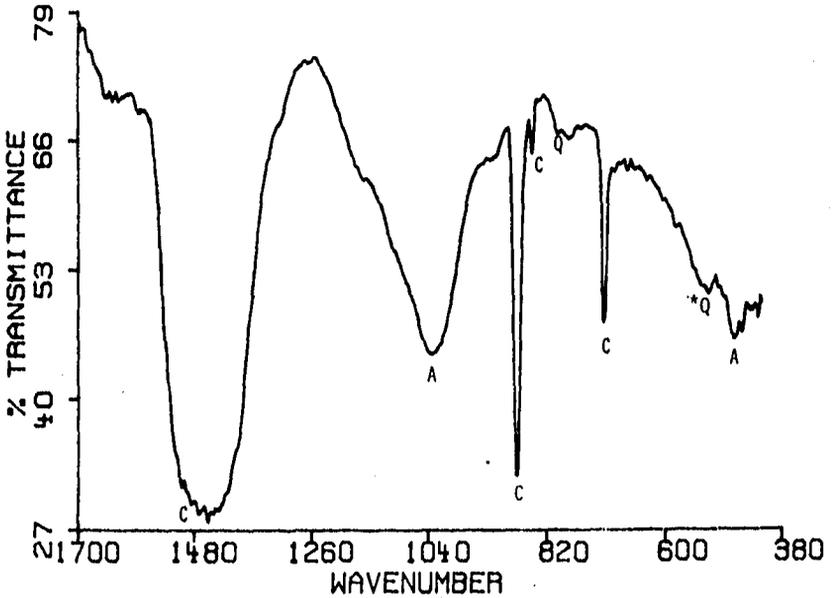


Figura 2.5. Espectro de una muestra de techo T1. *Aun que la banda de cuarzo es muy pequeña tiene un número de onda experimental muy cercano al teórico y esta alejado de los números de onda de la anortita y albita, por lo que se presume que esta banda corresponde al cuarzo.

A - Anortita, C - Calcita, Q - Cuarzo

Tabla 2.4 Comparación de números de onda teóricos y experimentales (No. de Onda cm^{-1})

MINERAL	No. DE ONDA EXPERIMENTAL	No. DE ONDA TEÓRICA
CALCITA	1452	1422
ANORTITA	1033	1035
CALCITA	876	876
CALCITA	848	848
CUARZO	775	778
CALCITA	713	712
CUARZO	520	512
ALBITA	467	467

ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

Tabla 2.5 Los minerales encontrados por espectroscopía infrarroja, se presentan a continuación

MUESTRA	CALCITA	ALBITA	ANORTITA	CUARZO
¹ E1	X		X	X
E2	X		X	X
E3	X		X	X
E4	X		X	X
E5	X		X	X
E6	X	X		X
E7	X		X	X
E8	X		X	X
E9	X		X	X
² A1	X	X		X
A2	X	X	X	X
A3	X	X		X
A4	X	X	X	X
A5	X		X	X
A6	X		X	X
AMC	X	X	X	X
³ T1	X	X		X
T2	X	X		X

¹ ESTUCO; ² ARGAMASA; ³ TECHOS

2.4 ANÁLISIS DE RESULTADOS

En los resultados obtenidos por espectroscopía infrarroja se localizaron diferentes grupos mineralógicos tales como carbonatos, feldespatos y minerales silíceos (calcita, anortita, albita y cuarzo).

En los grupos de estucos, argamasas y techos no hay realmente una diferencia notable en cuanto a los grupos de minerales encontrados, por lo que se puede decir que la calcita, el cuarzo y los feldespatos (albita y anortita) son minerales que predominan en todas las muestras de estudio. Sin embargo, es importante señalar que la albita predominó más en los techos y argamasas, la anortita es un material que se encontró con mayor frecuencia en los estucos y argamasas. Cabe señalar que se detectaron estos minerales a pesar de que la mayoría de los compuestos inorgánicos son activos en el infrarrojo lejano, mientras que nuestros experimentos fueron realizados en el llamado infrarrojo medio. Es importante mencionar que se localizó cuarzo en todas las muestras.

CAPITULO III

DIFRACCION POR RAYOS X

CAPITULO III

DIFRACCION DE RAYOS X

3.1 ANTECEDENTES TEORICOS

Los Rayos X son empleados en diversos campos como la metalurgia, geología, química orgánica e inorgánica, farmacia, cerámica, medicina, etc. Este método es muy útil gracias a que se puede obtener información valiosa para determinar la existencia de materiales cristalinos, es por ello que se consideró importante incluir esta técnica en el presente trabajo.

Los Rayos X se generan cuando los electrones, viajan a altas velocidades e interactúan con los átomos de un obstáculo conocido como blanco en consecuencia se producen los Rayos X por diversos procesos tales como: frenado repentino de electrones que viajan a altas velocidades y las transiciones de los electrones cercanos al núcleo atómico a los cambios en el estado energético de los átomos, estos procesos de generación de Rayos X se les conoce como espectro continuo y espectro característico [10].

Cuando la energía de los electrones es suficiente para desplazar a un electrón de un nivel interno del átomo y otro electrón de un nivel externo ocupa el lugar vacante del electrón desplazado, el cambio energético del electrón llamado transición se manifiesta en un fotón cuya energía se encuentra en la región de los Rayos X. A esto se le conoce como radiación característica, y las líneas espectrales características son K y L [11].

Al desacelerar electrones de alta energía cinética e inciden sobre la materia, pierden energía debido a que los electrones acelerados son frenados al atravesar el campo eléctrico existente, la pérdida de energía aparece en forma de un cuanto, cuya frecuencia es independiente de la naturaleza del átomo causante del fenómeno. La radiación que se emite de esta forma aparece como una banda de longitudes de onda que varían de forma continua, esto es conocido como espectro continuo.

DIFRACCIÓN POR RAYOS X

Tienen una longitud de onda más pequeña que la luz ordinaria. En el espectro de radiaciones electromagnéticas ocupa una región situada entre los Rayos gamma y los Rayos ultravioleta, estos se pueden clasificar en el intervalo aproximado de 10 a 100 Å [12], para fines experimentales de 0.5 a 2.5 Å es suficiente.

En el presente trabajo se empleo el método de polvos, dicha técnica se considera una herramienta de utilidad, ya que se podrán identificar las fases cristalinas presentes en las muestras a estudiar.

El método de polvos consiste en la difracción de Rayos X en cristales, para la interpretación de la información obtenida, se usa la bien conocida ley de Bragg (ecuación 3.1), ecuación que permite conocer el ángulo de difracción θ_{hkl} en términos de la longitud de onda y la distancia interplanar d_{hkl} de la familia de planos hkl.

$$2d\text{Sen}\theta = n\lambda \quad (3.1)$$

n = número entero (1, 2, 3,...)

λ = longitud de onda

d = distancia interplanar

Esta técnica de caracterización, consiste en emitir sobre la muestra Rayos X, proporcionando un pico difracción característico de cada componente, es decir que para cada análisis que se realice en una muestra determinada se va a tener un patrón de difracción característico y particular de cada compuesto cristalino.

Cada estructura cristalina tiene su propia y única distribución de espacios interplanares, es decir, su estructura cristalina propia, las cuales se pueden emplear para su identificación, y

DIFRACCION POR RAYOS X

va a depender de la característica ondulatoria de Rayos X, y el espaciamento de los planos del cristal.

La ventaja de usar el método de polvos, es debida ala identificación de compuestos cristalinos puros o los componentes de una mezcla, además de la rápida identificación, y cuantificación de fases cristalinas.

3.2 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Para obtener excelentes resultados en un experimento de difracción depende de la preparación adecuada de la muestra, dicha preparación está en función del tipo de información deseada. Los datos de difracción se pueden afectar por el tamaño y forma física de la muestra, presencia de orientaciones en el cristalito, posición de la muestra en el instrumento etc.

La técnica para la preparación de las muestras, de estucos, argamasas y techos fue la siguiente:

- a) Se muele la muestra, hasta obtener un polvo muy fino.
- b) El polvo se coloca en la cavidad del porta muestras, se compacta el polvo con un vidrio de fondo plano.
- c) El espécimen ideal para el análisis es su homogeneidad.
- d) Se coloca el portamuestras en el difractor, para realizar el análisis.

En este trabajo se empleo el difractor SIEMENS D-5000 del IFUNAM. Se trabajó con las siguientes condiciones: Voltaje de 30 Kv, y Corriente de 20 mA.

3.3 RESULTADOS

A continuación se presentan los resultados obtenidos en el análisis de difracción por Rayos X. Los difractogramas de las figuras 3.1, 3.2, y 3.3 son los más característicos, después de cada difractograma se reporta una tabla comparativa de los resultados experimentales de distancias interplanares e intensidades relativas con los datos teóricos reportados en las tarjetas PDF* Tablas 3.1, 3.2 y 3.3, en donde se observa que tanto los datos teóricos como experimentales son muy parecidos. Además se presentan en la Tabla 3.4 los compuestos cristalinos encontrados en cada muestra.

1

*Power Diffraction File
Consultar apéndice II

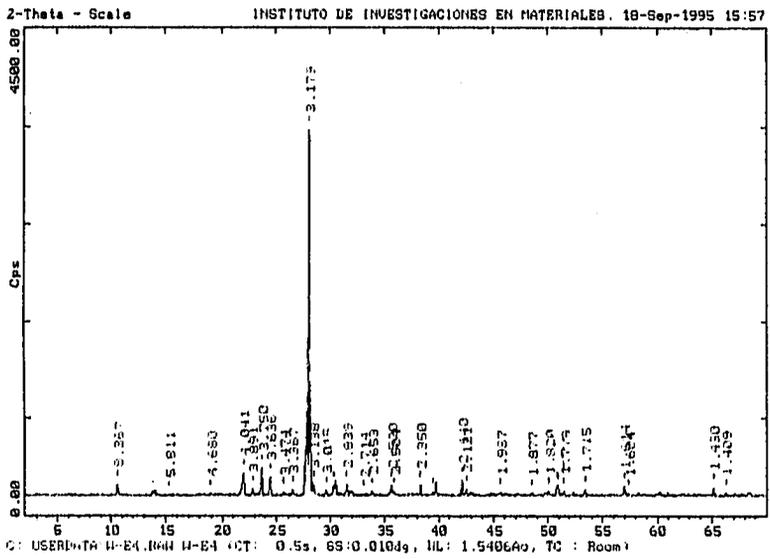


Figura. 3.1 Difractograma de un estuco de la muestra E4

En esta muestra se realizó una eliminación de carbonatos por HCl, para identificar a los feldespatos.

DIFRACCIÓN POR RAYOS X

Tabla 3.1 Tabla de valores de distancias interplanares e intensidades relativas experimentales comparados con los valores reportados en las tarjetas PDF. (muestra E4)

MINERAL	D_T	D_E	cps	I/I_T	I/I^E
ANORTITA	6.42	6.43	42.32	2	5.32
ANORTITA	6.35	6.34	44.89	2	5.64
ANORTITA	4.04	4.04	208.91	60	26.26
ALBITA	3.881	3.89	53.07	12	1.57
ALBITA	3.752	3.749	254	30	7.52
ANORTITA	3.62	3.63	167.04	25	21
ANORTITA	3.47	3.47	30.40	12	3.8
ANORTITA	3.37	3.36	50.95	25	6.4
ALBITA	3.211	3.22	307.10	30	9
ANORTITA	3.20	3.20	795.28	100	100
ALBITA	3.176	3.179	3388.75	100	100
ANORTITA	3.12	3.13	97.32	45	12.23
ALBITA	3.016	3.01	47.10	8	1.39
ANORTITA	2.953	2.94	92.96	25	11.68
ANORTITA	2.935	2.928	144.38	18	18.15
ALBITA	2.83	2.83	97.67	12	2.88
ALBITA	2.654	2.65	37.33	4	1.1
ALBITA	2.518	2.52	92.38	8	2.73
ALBITA	2.506	2.5	34.98	8	1.03
ANORTITA	2.36	2.35	96.17	6	12
ANORTITA	2.298	2.28	34.97	2	4.39
ANORTITA	2.265	2.26	119.95	6	15
ANORTITA	2.143	2.139	142.16	16	17.87
ANORTITA	2.119	2.12	54.39	1	6.8

D_T = distancia interplanar teórica cps = cuentas por segundo I/I^E = intensidad relativa exp.
 D_E = distancia interplanar experimental I/I_T = intensidad relativa teórica.

DIFRACCIÓN POR RAYOS X

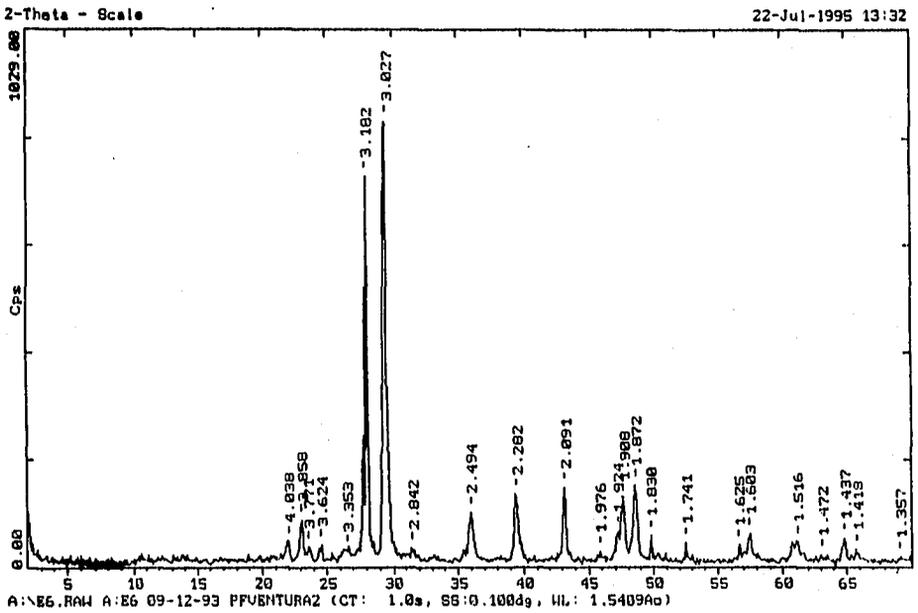


Figura 3.2 Difractograma de un estuco de la muestra E6

Tabla 3.2 *Tabla de valores de distancias interplanares e intensidades relativas experimentales comparados con los valores reportados en las tarjetas PDF. (muestra E6)*

MINERAL	D_r	D_p	cps	I/I_r	I/I_p
ALBITA	4.04	4.038	47	16	6.2
CALCITA	3.86	3.86	90	10	8.7
ALBITA	3.77	3.77	38	30	5
ALBITA	3.62	3.353	42	8	5.6
ALBITA	3.18	3.18	748	100	100
CALCITA	3.03	3.02	1029	100	100
CALCITA	2.49	2.49	104	14	10.1
CALCITA	2.28	2.28	139	18	13.5
CALCITA	2.09	2.09	152	18	14.7
CALCITA	1.92	1.92	67	5	6.5
CALCITA	1.91	1.91	129	17	12.5
CALCITA	1.87	1.87	157	17	15.2
ALBITA	1.85	1.83	58	2	7.7
CALCITA	1.62	1.62	41	4	3.9
CALCITA	1.60	1.60	64	8	6.2
CALCITA	1.51	1.51	48	4	4.6
CALCITA	1.47	1.47	29	2	2.2
CALCITA	1.43	1.44	54	5	5.2
CALCITA	1.41	1.42	32	3	3.1
CALCITA	1.35	1.35	17	1	1.6

DIFRACCIÓN POR RAYOS X

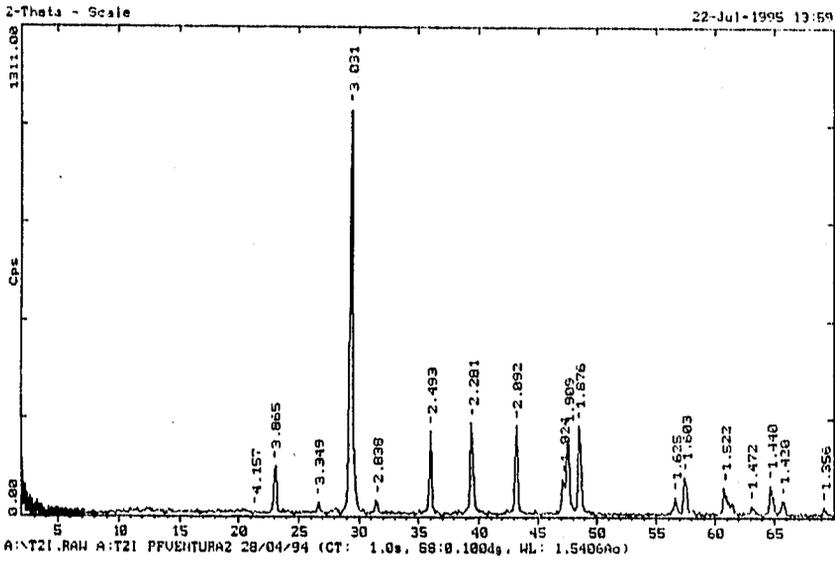


Figura 3.3 Difractograma de la muestra T2, corresponde a una pieza de techo

Tabla 3.3 Tabla de valores de distancia interplanar e intensidades relativas experimentales comparados con los valores reportados en las tarjetas PDF. (muestra T2)

MINERAL	D_T	D_B	cps	I/I_B	I/I_B
CALCITA	3.86	3.865	134	12	10.2
CALCITA	3.035	3.031	1311	100	100
CALCITA	2.845	2.838	42	3	3.2
CALCITA	2.495	2.493	229	14	17.4
CALCITA	2.285	2.281	251	18	19.1
CALCITA	2.095	2.092	245	18	18.6
CALCITA	1.927	1.924	101	5	7.7
CALCITA	1.913	1.909	205	17	15.6
CALCITA	1.875	1.876	243	17	18.5
CALCITA	1.626	1.625	54	4	4.1
CALCITA	1.604	1.603	106	8	8
CALCITA	1.525	1.522	79	5	6
CALCITA	1.473	1.472	29	2	2.2
CALCITA	1.44	1.44	84	5	6.4
CALCITA	1.422	1.42	41	3	3.1
CALCITA	1.356	1.356	25	1	1.9

DIFRACCIÓN POR RAYOS X

Tabla 3.4 Resultados reportados, en la caracterización por difracción de Rayos X.

MUESTRA	CALCITA	ALBITA	ANORTITA
¹ E1	X	X	X
E2	X	X	X
E3	X	X	X
E4	X	X	X
E5	X	X	X
E6	X	X	X
E7	X	X	X
E8	X	X	X
E9	X	X	X
² A1	X	X	X
A2	X	X	X
A3	X	X	X
A4	X	X	X
A5	X	X	X
A6	X	X	X
AMC	X	X	X
³ T1	X		
T2	X		

¹Estuco, ²Argamasa, ³Techos

3.4 ANÁLISIS DE RESULTADOS

En este análisis se pudieron identificar fases cristalinas tales como Calcita, anortita y albita, también se observó que todos los materiales contienen calcita sobre todo en las muestras de techos, en las cuales únicamente se encontró dicho mineral, la frecuencia con que se localizó calcita se debe a que hay una mayor cantidad de este mineral que otros materiales como el cuarzo y albita que fueron detectados en espectroscopía infrarroja en estas muestras, también se observó que tienen un pulido muy fino en el estuco, razón por la que posiblemente se utilizaba la calcita además de la resistencia que brinda, el pulido de estas muestras se puede verificar en las fotografías de techos que se presentan en la Figura 3, de la introducción.

Los feldespatos anortita y albita se encontraron en todas las muestras excepto en los techos. En la identificación de los mismos se tuvo un poco de problemas debido a que los picos de difracción se superponen, es decir las intensidades relativas son muy parecidas tanto en la albita y anortita, un ejemplo es en el análisis de la muestra (E6), al comparar las distancias interplanares experimentales con las tarjetas PDF de la albita y anortita, son muy similares, debido a este problema se hizo una eliminación de carbonatos con HCl para posteriormente hacer un análisis de difracción (Figura y tabla 3.1) los resultados obtenidos fueron muy buenos, se pudieron distinguir ambos feldespatos, por lo que se concluye que la albita como anortita se encuentran presentes en las muestras de estucos y argamasas.

Para cada grupo de muestras se localizaron materiales cristalinos, tales como: calcita, anortita y albita. Comparando los resultados por FTIR y difracción de Rayos X se observan los mismos minerales, por lo que se puede decir que son los más abundantes en los tres grupos de muestras. Es de importancia señalar que en Espectroscopía infrarroja se localizo cuarzo, el cual no fue identificado por Rayos X, esto quizá se deba a que en FTIR se localizan compuestos con una concentración hasta 100 ppm, y por difracción de rayos X se detectan compuestos cristalinos hasta un 5% en peso.

CAPITULO IV

MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO

CAPITULO IV

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO(SEM)

El microscopio electrónico de barrido (SEM), se utiliza para estudiar superficies de sólidos, el estudio por esta técnica es muy ventajoso, debido a que posee una buena resolución en la formación de imágenes, sus beneficios son diversos debido a que se puede obtener información sobre el tamaño y morfología de las muestras de estudio. Es por ello que se consideró importante incluir esta técnica en el presente trabajo, debido a que es de interés conocer la morfología de los materiales.

4.1 ANTECEDENTES TEÓRICOS

Cuando un haz de electrones incidentes golpea la superficie de un sólido bajo una serie de interacciones con el núcleo y los electrones de los átomos del sólido varían directamente con el voltaje de aceleración [14]. Al ocurrir las interacciones se producen diferentes procesos físicos, que son detectados y amplificados con equipo adecuado, cada uno proporciona diferente información, que a continuación se mencionara [15]:

- a) Electrones retrodispersados
- b) Electrones secundarios
- c) Electrones absorbidos
- d) Rayos X

- Electrones retrodispersados, al interactuar con el núcleo de un átomo de la muestra se puede generar una dirección retrodispersada con baja energía, algunos de los electrones se expanden y pueden estar fuera de la muestra, permitiendo detectar información acerca de la superficie del sólido, estos son más energéticos que los electrones secundarios y pueden escapar desde una mayor profundidad en la muestra, debido a que la señal de este tipo de electrones no da mucha información acerca de la topografía de la muestra ni alta resolución en el espacio. La

intensidad del haz aumenta cuando se incrementa el número atómico de los elementos en la muestra y, es muy benéfico debido a que es posible detectar zonas de diferente composición [15-16].

- Electrones secundarios son los más adecuados para estudiar superficies [14], se originan en el sólido, cuando se desprenden débilmente electrones de la muestra, los cuales emergen con poca energía, pueden escapar de la muestra y se detectan únicamente si se producen cerca de la superficie, algunas veces influye la sensibilidad de la topografía en la muestra. Este tipo de electrones pueden dar poca información acerca de la composición elemental, sin embargo la sensibilidad topográfica y alta resolución espacial toma una mayor preferencia para las micrografías, debido a la emisión de electrones depende de la densidad y topografía de la muestra sólida, así es como se forman las imágenes.

Los electrones secundarios son atraídos fácilmente por una carga positiva de 25 eV, logrando así una alta proporción de electrones secundarios emitidos desde la muestra, se detectan con la dirección inicial, dando paso al detector la baja energía. Los electrones son fuertemente absorbidos por la muestra [17].

- Electrones absorbidos, pierden una buena cantidad de energía, la pérdida de energía provoca que los electrones se salgan de la muestra, cuando se incrementa el número de electrones que abandonan el sólido causa el decremento correspondiente en la corriente de los electrones absorbidos, proporcionando información complementaria junto con los electrones secundarios y retrodispersados, sobre la muestra [16].

- Rayos X característicos, son emitidos debido a la transición de los electrones excitados por el haz primario, en este proceso se puede efectuar un análisis químico además de estudiar volúmenes.

Los procesos mencionados dan diversa información que se considera valiosa debido a que cada uno tiene diferente penetración sobre la superficie de la muestra [Figura 4. 1], gracias a esto se llevan a cabo los procesos ya mencionados.

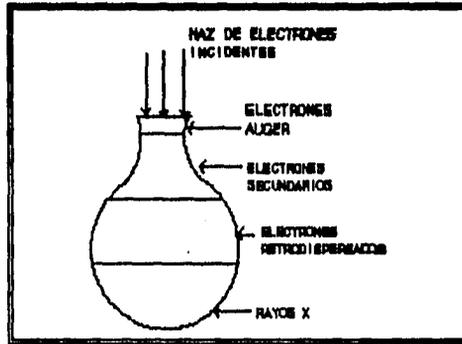


Figura 4.1 En esta figura se aprecia la profundidad de cada señal sobre la muestra

Para realizar un estudio en la superficie de un sólido se enfoca el haz sobre un área muy reducida de la muestra y se barre la superficie, con el movimiento del haz se detecta en cada zona una intensidad promedio, a esto es a lo que se le llama microscopia electrónica de barrido (Scanning Electron Microscopy).

4.2 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Al trabajar con un material no conductor se tiene una acumulación de carga eléctrica, tal carga distorsiona la imagen, por lo que la muestra se debe de preparar de una forma especial, es decir, con materiales que tengan buena conductividad eléctrica como carbón ó bien oro por medio de un baño en la superficie de la muestra con los materiales antes mencionados, las muestras de estudio en el presente trabajo son materiales no conductoras por lo que se prepararon de la forma siguiente [14].

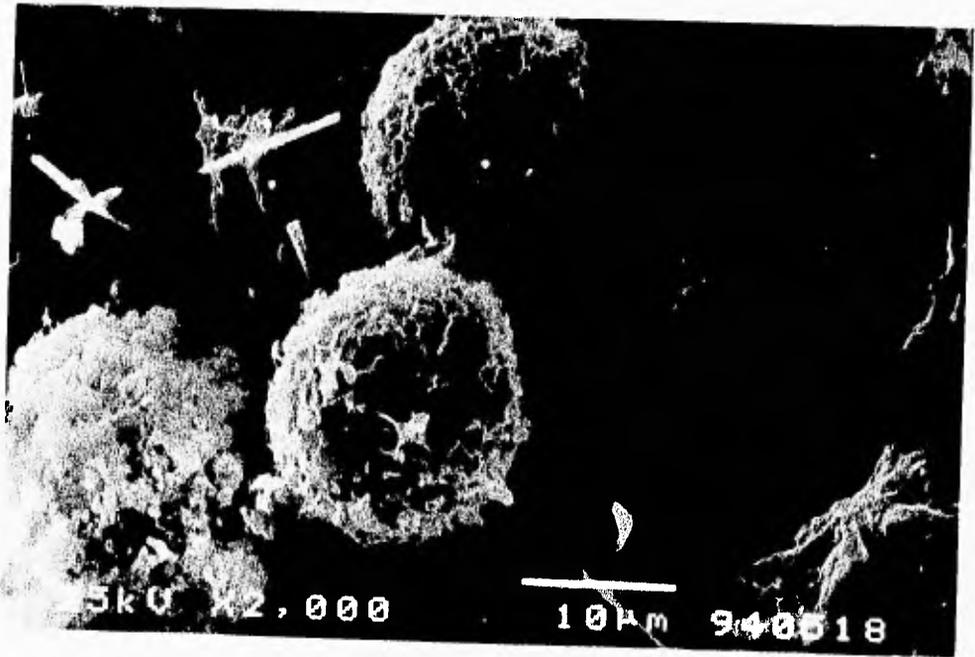
MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

- Se toma un pequeño trozo de muestra
- El portamuestras debe limpiarse previamente por ultrasonido en acetona durante 10 min.
- Se coloca la muestra en el portamuestras
- Se pega la muestra con pintura de plata sobre el cilindro (porta muestras)
- Se efectúa un baño de oro (mediante la técnica de Sputtering)
- Se coloca la muestra en la cámara del microscopio para su estudio.

Todos estos procesos dan diferente información a cerca de la muestra de estudio, para esta técnica se utilizó un dispositivo que cuenta con un detector de electrones secundarios, en el cual se pueden realizar diferentes ampliaciones sobre la superficie de los sólidos. En el presente trabajo se uso un microscopio JSM-5300 del IFUNAM, con voltajes de 15, y 25 kv.

4.3 RESULTADOS

Los resultados obtenidos a partir de SEM se presentan a través de las micrográficas en las figuras 4.2 hasta 4.9, en las cuales se observan diferentes ampliaciones realizadas a cada muestra, para identificar la morfología y tamaño.



MICROGRAFIAS CORRESPONDIENTES A LAS MUESTRAS DE ESTUCOS

Figura 4.2 Micrografía de la muestra E4, en la cual se observan partículas que posiblemente correspondan a materia orgánica tienen un diámetro aproximado de 16 μm , es importante afirmar que este tipo de partículas no fueron características en las muestras estudiadas, por lo que quizá se trate de un contaminante orgánico por ejemplo polen que se halla depositado en la recolección de muestras, traslado ó preparación de la muestra.



Figura 4.3 Micrografía de la muestra E5, en esta se observan fibras que aproximadamente miden 1.16μ , es probable que se trate de materia orgánica, debido a que la zona arqueológica sufrió un incendio muy fuerte, por lo que seguramente se estén observando en el microscopio residuos de la carbonización, cabe mencionar que la muestra se encuentra ahumada.

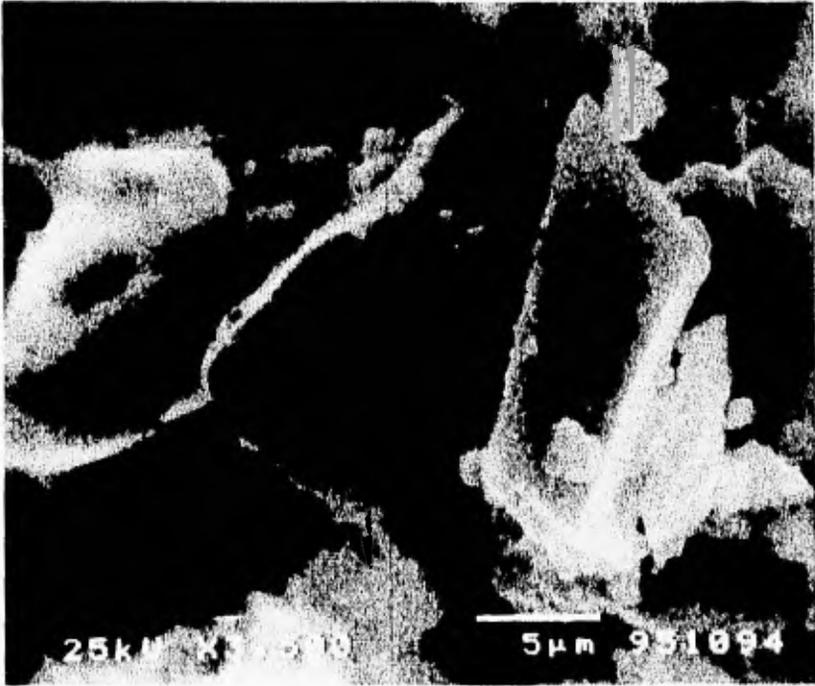


Figura 4.4 Micrografía de una muestra de estuco, a la cual se le efectuó una eliminación de carbonatos con HCl. Al efectuarse el análisis por SEM se encontraron cristales que corresponden a los feldspatos.

MICROGRAFIAS CORRESPONDIENTES A LAS MUESTRAS DE ARGAMASAS



Figura 4.5 Micrografía de una muestra de argamasa (A6), en esta micrografía se aprecian diversos tamaños de estructuras que van desde 1 μ m hasta 4 μ m, la estructura que se observa en la parte central es un cristal característico de la calcita.

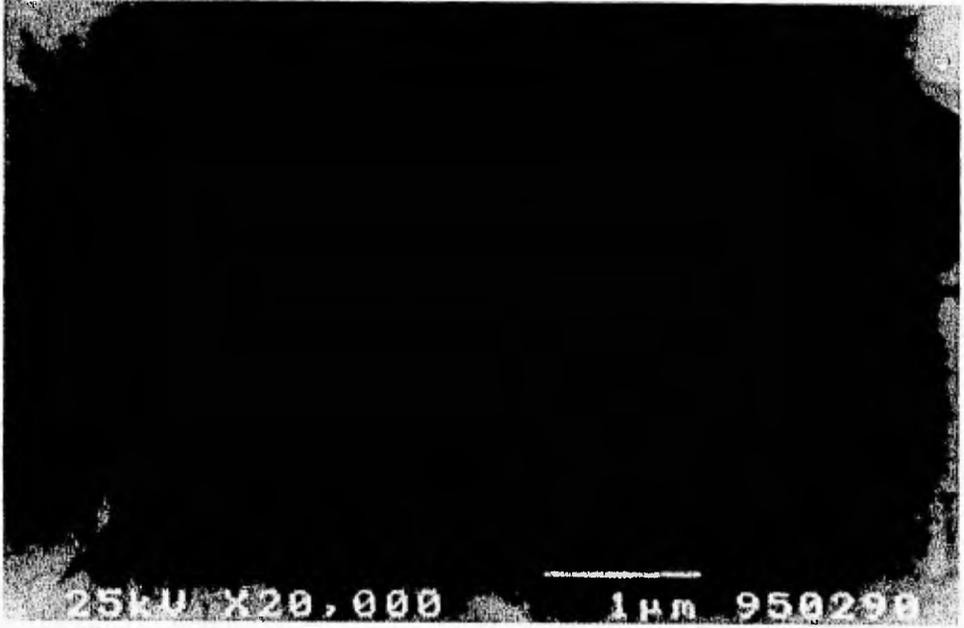


Figura 4.6 Micrografía de una argamasa, presenta fisuras en el material, también se observa una superficie aplanada, el material esta uniformemente compactado.



MICROGRAFIAS REALIZADAS A LAS MUESTRAS DE TECHOS

Figura 4.7 Micrografía en donde se aprecian aglomerados con un tamaño aproximado de 1.58 μm , las estructuras que se presentan son características de la calcita, como la que se encuentra en la parte central del lado derecho y las que se encuentran a un lado de esta.

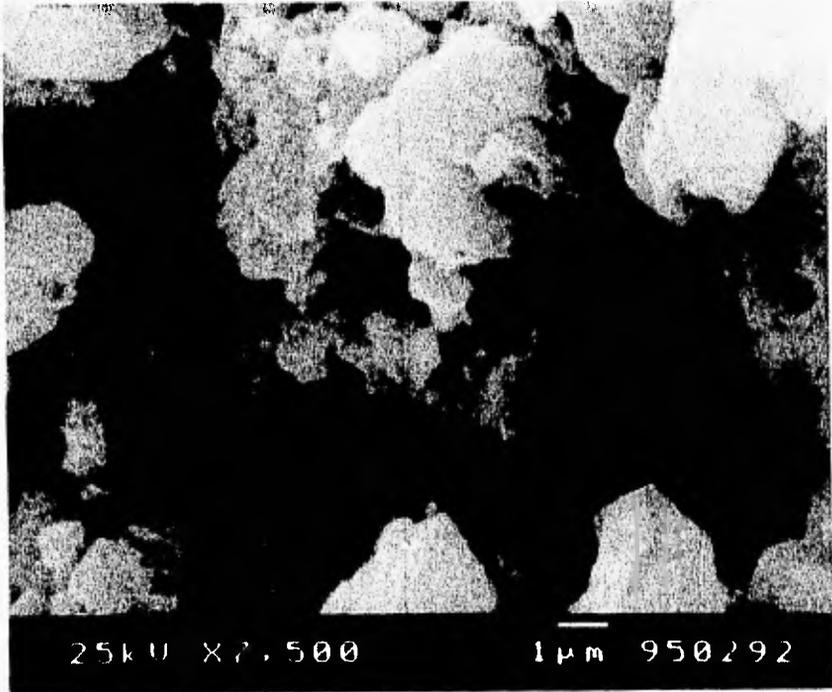


Figura 4.8 Micrografía en la que se observan cristales característicos de la calcita. Como se observó en difracción de Rayos X [cap. III] y por PIXE [cap. V], en que las muestras de techo contienen altas concentraciones de calcita. Estos resultados se corroboran por la gran cantidad de estructuras que son similares a los cristales de calcita.



Figura 4.9 Micrografía en la que se muestran aglomerados con diferentes tamaños que van desde $0.26\ \mu\text{m}$ $0.53\ \mu\text{m}$, y $1.73\ \mu\text{m}$

4.4 ANÁLISIS DE RESULTADOS

En esta técnica se ha podido hacer un estudio morfológico sobre la superficie de cada muestra, en el cual se observó el tamaño y morfología de cada muestra estudiada.

En cada grupo de muestras se observaron diferentes estructuras. Por ejemplo en las muestras de estuco se encontraron partículas que probablemente se traten de materia orgánica debido a que los estucos se encontraban expuestos a las condiciones ambientales del lugar, es decir, muchas de ellas contenían plantas silvestres, además dadas las características físicas de las muestras estas parecen haberse elaborado también con materia orgánica para dar mayor resistencia al material, es probable que se trate de este tipo de materia o bien como ya se había mencionado antes, el lugar sufrió un incendio muy grande con lo cual se estaría viendo en el microscopio los residuos de la combustión. Por otra parte, el análisis de la muestra E4, en la que se realizó eliminación de carbonatos (con HCl) se observaron cristales, que muy probablemente correspondan a algún feldespato ya sea anortita ó albita, estos resultados se pudieron corroborar en la literatura [26]. Las estructuras de la Figura 4.4 fueron muy frecuentes en las muestras que se les realizó la eliminación de carbonatos. Este resultado es importante ya que, por un lado indica que la metodología adecuada para detectar feldespatos es precisamente la eliminación química de carbonatos y, por otra, que un estudio más detallado de la relación carbonatos - feldespatos, arrojarían más luz sobre las tecnologías empleadas por los prehispánicos.

En las muestras de argamasas y techos se observaron estructuras muy semejantes, con la salvedad de que en las argamasas se obtuvieron estructuras en forma compacta (Figura 4.6), es decir que parece la pieza de un material aplanado, es probable que se trate de un vestigio de material que sirvió para pegar piedra y quedo compactado, mientras que en los techos se observó

una gran cantidad de estructuras, se presume que corresponden a la calcita. Esto también es relevante, pues da pie a pensar que en esa época ya se tenía el concepto de material aglomerante y adhesivo para fabricar composites.

Toda esta información una vez más nos indica que cada uno de los materiales estudiados tuvieron indudablemente un tratamiento diferente en su preparación, lo que permite tener más evidencia para realizar una reconstrucción adecuada de la tecnología de materiales disponibles en esa época.

CAPITULO V

INDUCCION DE PARTICULAS POR EMISION DE RAYOS X

CAPITULO V

ANÁLISIS POR PIXE

La técnica PIXE (Particle Induced X-Ray Emission) emisión de partículas inducidas por rayos X, permite realizar un análisis multielemental de la composición de un material, detectando elementos con número atómico mayor a 12, con una sensibilidad del equipo que detecta una concentración en partes por millón de cada elemento que se encuentre presente en la muestra. Es por esto que se utilizó esta técnica para el análisis cuantitativo elemental de las muestras de estudio.

5.1 ANTECEDENTES TEÓRICOS

Los electrones se encuentran en los átomos, distribuidos en capas o niveles discretos de energía, donde a estas capas o niveles se denominan K, L, M, N etc. A la capa K le corresponde la menor energía, para las siguientes capas aumenta la energía. A los niveles de energía se le asigna el número cuántico n , de tal manera que al nivel K le corresponde $n=1$, a L, $n=2$, a M, $n=3$ y así sucesivamente. Exceptuando el nivel K, todas las capas constan de subniveles de energía, el nivel n -ésimo de energía es determinado por $l=2n-1$, l es el número cuántico orbital. Así el nivel L con $n=2$ está dividido en $l=3$ subniveles, los subniveles se denotan agregando subíndices al símbolo de la capa de tal manera que los subniveles de la capa L se asigna como L_1, L_2, L_3 .

Esta técnica consiste en hacer incidir un haz de partículas pesadas (protones, partículas α), cargadas sobre un blanco (en este caso la muestra funciona como blanco grueso) en el cual se mide la radiación emitida por este en forma de Rayos X, estos son característicos de cada elemento químico presente en la muestra, obteniendo de esta manera información de cada elemento y la cantidad en la que se encuentre distribuido en la muestra (Cuando se tiene blancos gruesos, la cantidad de fotones o Rayos X emitidos es proporcional a la concentración del elemento del material) [19].

Al hacer incidir un haz de electrones transfiriendo energía a un electrón de capas profundas del átomo, este escapa del átomo, dejándolo ionizado y excitado, entonces un electrón de una capa superior ocupa el lugar vacante del electrón desplazado, efectuándose de esta manera una transición, emitiendo energía excedente en forma de fotón. La energía del fotón depende del átomo que se trate, y es igual a la diferencia de energía de los subniveles de energía en las cuales se lleva a cabo la transición ver Figura 5.1

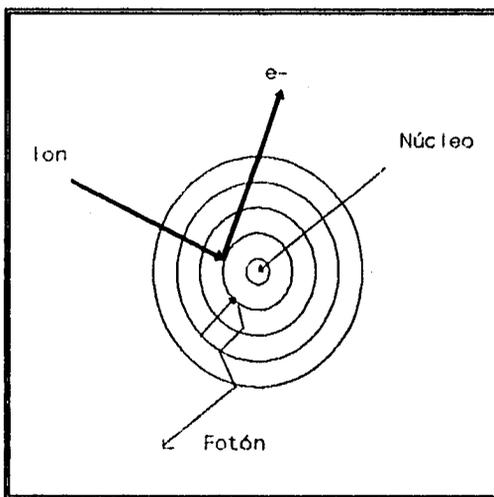


Figura 5.1 Proceso físico de emisión de Rayos X, inducidos por partículas cargadas

Los Rayos X producidos por un electrón desplazado en la capa K, se les llama rayos XK, a los producidos por la capa L se denominan rayos XL, estos se dividen en subgrupos dependiendo de la capa y del nivel, ver Figura 5.2

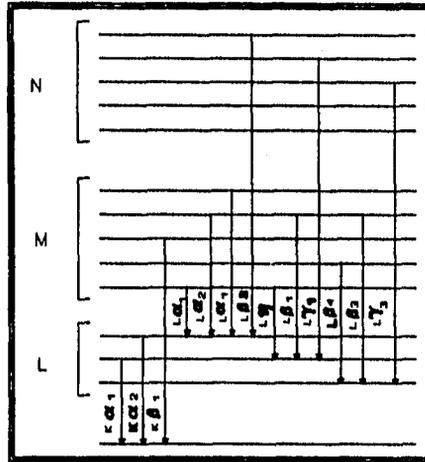


Figura 5.2 Niveles de energía atómicos y transiciones atómicas que dan origen a los rayos X.

Tal energía, es característica de la transición de cada elemento, esta da información sobre cada elemento que se encuentre en la muestra. Los rayos X inducidos con iones en la muestra son emitidos en cualquier dirección debido a la simetría esférica de la capa K (estos son isotropicos), los rayos XL no son isotropicos, la intensidad en la dirección del haz es menor, debido a su asimetría esférica en la capa L [20]. Es muy importante señalar las limitaciones que se tienen en esta técnica, y es la imposibilidad de medir elementos ligeros con $z < 12$.

5.2 EQUIPO UTILIZADO

El equipo cuenta con un haz de iones [ver Figura 5.3] que proviene de un acelerador electrostático tipo Van de Graaff, este incide sobre la muestra después de haber sido colimado. Los Rayos X producidos son captados mediante un detector, este es de silicio - litio (Si-Li) de estado sólido. El detector se encuentra separado del blanco por una hoja de material suficientemente transparente a los Rayos X, que soporte la diferencia de presiones entre el vacío alcanzado en la cámara y la presión atmosférica, normalmente esta hecho de mylar, para frenar iones retrodispersados. Las señales que se originan en el detector son amplificadas y procesadas mediante un analizador multicanal, el espectro resultante se estudia posteriormente por un programa de computadora [21].

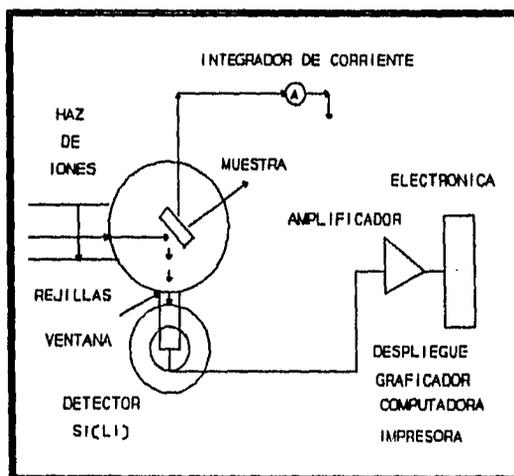


Figura 5.3 Principales características del equipo para el análisis PIXE

Los límites de detección, están determinados principalmente por la sección eficaz de ionización y la radiación de frenado del haz incidente y de electrones de la muestra. La radiación

de frenado depende de la energía del proyectil, y se produce con cierta distribución angular con respecto a la dirección del haz, esta radiación producida representa un continuo que llega al detector y es el principal contribuyente al ruido de fondo en los espectros.

5.3 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Como esta técnica es no destructiva, se trabajó con las muestras completas. Se colocan las muestras en un rectángulo de metal (porta muestras), envueltas en la parte inferior de la muestra con papel aluminio, se fijan sobre una cara del portamuestras, finalmente se coloca en la cámara del equipo para posteriormente efectuar el análisis, el porta muestras está montado en un goniómetro que gira en el eje de la cámara perpendicular al haz de iones del acelerador.

Las condiciones en que se realizó el análisis fueron las siguientes: energía a 0.7 MeV, el proyectil penetra aproximadamente 10 μm , el detector de Si(Li), se encuentra ubicado a un ángulo de 20 grados con respecto a la entrada del haz en la cámara, lo que hace que este sea un dispositivo de detección de Rayos X por partículas cargadas, a un vacío de 10^{-6} Torr.

Una vez analizada la muestra, se obtiene un espectro, el cual es analizado con el programa AXIL [22], obteniendo las características producidos por los elementos que se encuentran en el material, posteriormente se hace el cálculo de composición con el programa PIXEINT [23].

5.4 RESULTADOS

Por esta técnica se obtuvieron resultados a partir de los espectros mostrados en las Figuras 5.4, 5.5, 5.6. Los cuales fueron tomados del análisis experimental.

Con base a los espectros se llevó a cabo el análisis cuantitativo de cada una de las muestras, calculando el área bajo la curva de cada uno de dichos espectros mediante el programa AXIL y después por el programa PIXEINT, en este programa se realizó el cálculo teórico de la cantidad de rayos X, partiendo de una proposición de la composición elemental del material, las cantidades obtenidas de esta manera representan la cantidad de rayos X teóricos, mismos que se calculan al tomar una propuesta de composición elemental basada en la estequiometría del material, efectuando una comparación entre los resultados teóricos y experimentales, se ajusta la composición propuesta poco a poco hasta que se tiene concordancia de las cantidades de resultados teóricos con los experimentales, dichas concentraciones se presentan reportadas en las tablas 5.1, 5.2 Y 5.3, en las gráficas de las figuras 5.7 y 5.8 se encuentran reportados los datos de concentración de cada grupo de muestras.

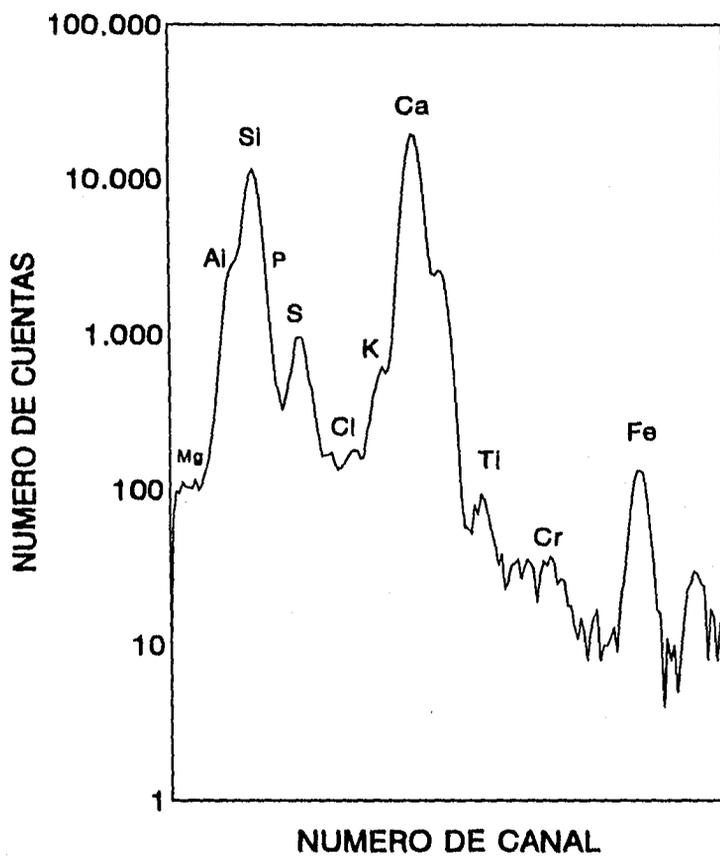


Fig 5.4 Espectro caracteristico de la muestra E4 perteniente a un estuco

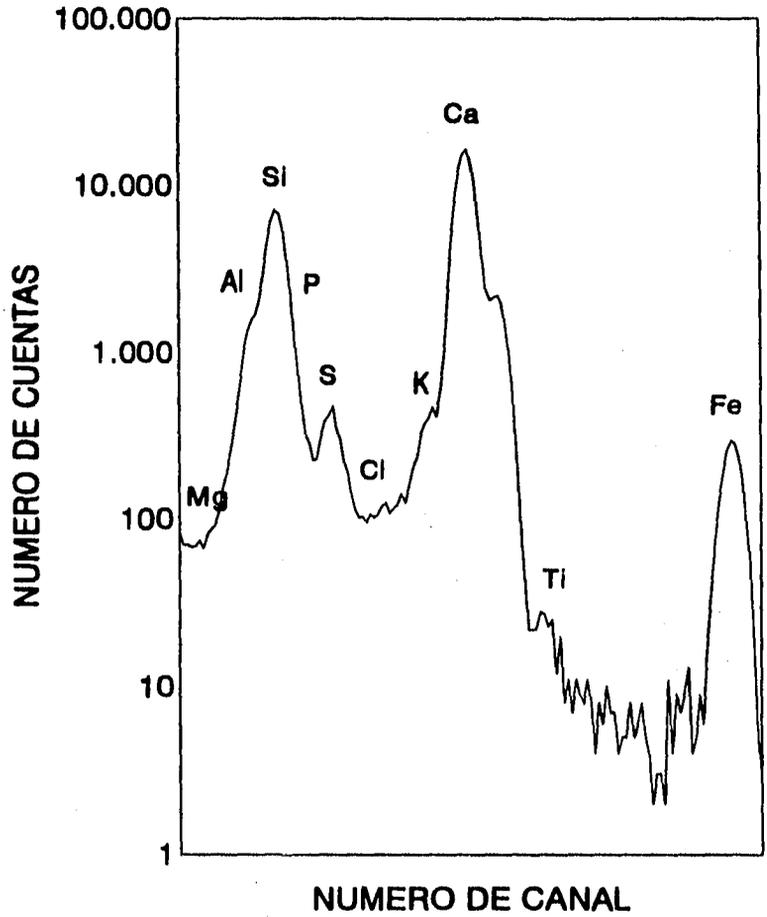


Figura 5.5 Espectro característico de la muestra AMC perteneciente a una argamasa

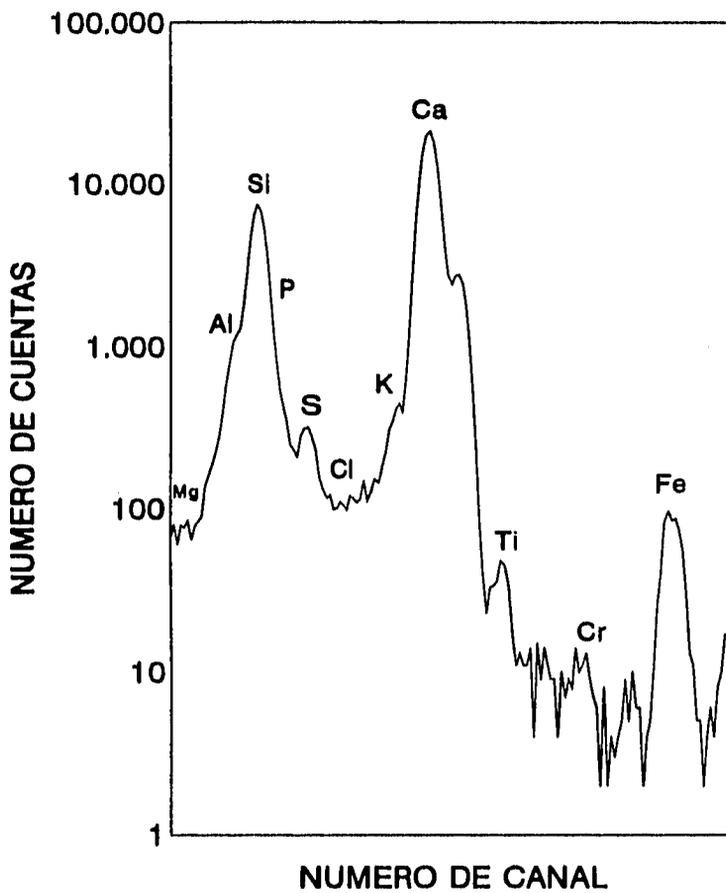


FIG 5.6 Espectro característico de una muestra de techo T1

Tabla 5.1 Concentraciones de las muestras de estucos (% en peso).

	E1	E2	E3	E4	E5	E6	E7
Mg	1.192	1.921	2.286	1.313	1.935	1.646	1.326
Al	9.650	9.702	11.010	10.528	7.467	8.110	10.258
Si	15.638	16.470	19.812	18.460	11.336	18.351	17.290
P	0.258	0.311	0.293	0.283	0.367	0.243	0.261
S	0.546	0.177	0.267	0.468	0.248	0.121	0.210
Cl	0.029	0.050	0.048	0.042	0.204	0.046	0.146
K	0.244	0.305	0.259	0.328	0.353	0.170	0.277
Ca	18.003	17.350	12.954	15.110	23.110	11.104	16.137
Ti	0.073	0.072	0.072	0.083	0.084	0.041	0.085
Cr	0.026	0.029	0.032	0.040	0.024		
Fe	0.531	0.047	0.611	0.0655	0.310	0.432	0.384
Co	0.528		0.07		0.031		
Ni		0.007	0.065	0.052	0.068		

Incidumbre experimental de 20%

Tabla 5.2 Concentraciones de estucos y argamasas, (% en peso).

	E8	E9	A1	A2	A3	A4	A5
Mg	2.087	1.685	1.802	2.454	2.630	2.210	2.165
Al	7.695	8.815	8.067	9.061	7.863	7.428	9.600
Si	17.371	14.519	17.211	16.005	12.806	11.439	17.882
P	0.141	0.116	0.027	0.287	0.171	0.190	0.353
S	0.233	0.111	0.118	0.221	0.108	0.124	0.151
Cl	0.163	0.061	0.070	0.141	0.083	0.086	0.072
K	0.096	0.153	0.351	0.332	0.076	0.116	0.292
Ca	17.861	19.704	17.882	17.742	21.478	23.175	15.812
Ti	0.105	0.073	0.043	0.528	0.088	0.045	0.061
Cr	0.012						0.0108
Fe	0.466	0.519	0.498	0.453	0.539	0.502	0.588
Ni				0.037	0.040		

Incidumbre experimental 20%

E muestras de estuco

A muestras de argamasa

Tabla 5.3 Concentraciones de argamasas y techos, (% en peso)

	A6	AMC	T1	T2
Mg	2.475	3.554	3.288	0.624
Al	9.732	8.324	5.887	4.432
Si	18.215	15.503	14.818	6.549
P	0.293	0.353	0.447	0.112
S	0.146	0.298	0.203	0.092
Cl	0.087	0.062	0.061	0.097
K	0.159	0.341	0.325	0.279
Ca	15.381	17.292	20.704	30.410
Ti	0.067	0.033	0.057	0.014
Cr			0.020	0.010
Fe	0.596	2.171	0.629	0.210

Incertidumbre experimental 20%

A muestra de argamasa

T muestras de techos

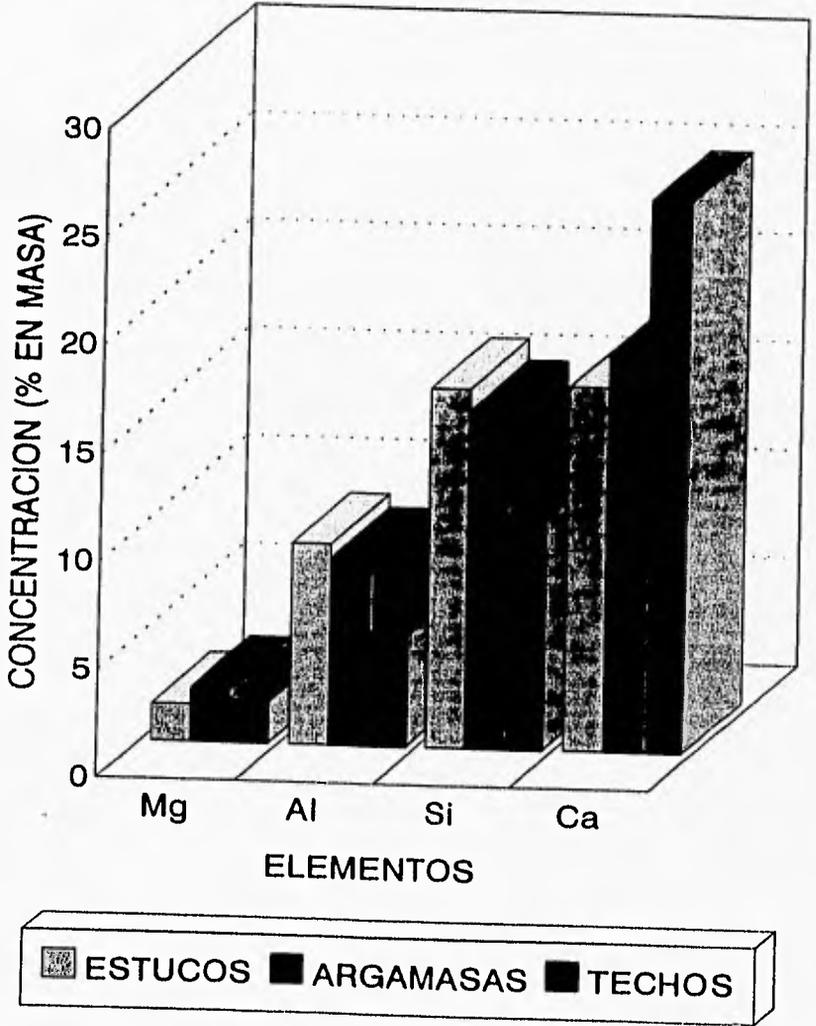


Figura 5.7 Gráfica de concentración (% en masa) & elementos

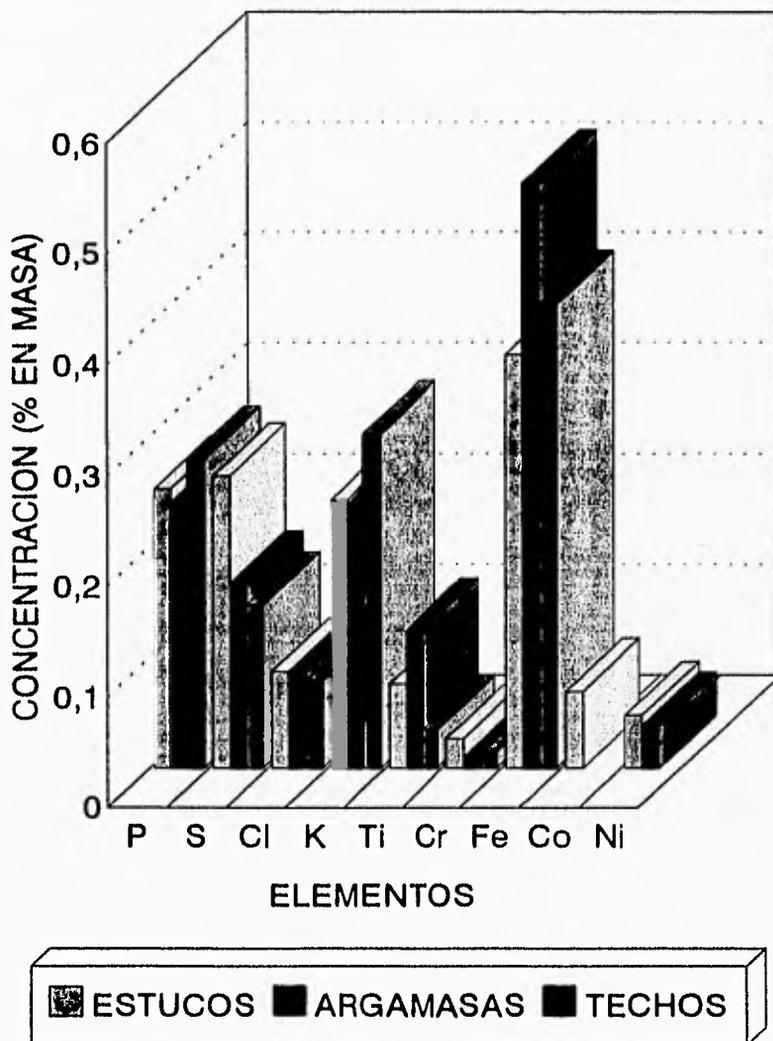


Figura 5.8 Gráfica de concentración (% en masa) & elementos

5.5 ANÁLISIS DE RESULTADOS

Los resultados de concentración de cada una de las muestras tanto de estucos, argamasas y techos fueron los siguientes:

Como se observa en las figuras 5.7 y 5.8 las concentraciones de cada elemento se pueden diferenciar como el calcio 25.55%, fósforo 0.29% y titanio 0.3% que predominan más en las muestras de techo. Aluminio 9.2%, silicio 16.5%, azufre 0.26%, cloro 0.8% y níquel 0.5%, fueron muy frecuentes en los estucos, para las argamasas los elementos con mayor concentración son: magnesio 2.4%, cromo 0.3%, Hierro 0.53% y cobalto 0.07%

Se puede decir que los elementos con mayor abundancia fueron: calcio, silicio y aluminio. En menor cantidad se obtuvieron magnesio, cobalto, potasio, titanio, azufre, fósforo, cloro, cromo, níquel y hierro, cabe mencionar que se nombraron de elemento mas abundante a menos abundante. Estos resultados nos dan información sobre el predominio de cada uno de los elementos hacia ciertas características de cada grupo de muestras.

Para los tres grupos de muestras se encontraron los mismos elementos pero en diferente concentración, lo cual demuestra que se elaboró cada material de acuerdo a las necesidades a satisfacer es decir que para la elaboración de cada muestra se debió preparar con diferente concentración.

APENDICE I

APÉNDICE I

En el presente trabajo se realizó a las muestras de estuco un análisis termogravimétrico (TGA), con el fin de observar los posibles cambios de fases.

Como el TGA mide el cambio de peso con la temperatura, y proporciona información acerca de la composición del material y estabilidad térmica. El intervalo de temperatura de este método puede llegar hasta 1500 °C y el tamaño de la muestra va de 1 hasta 300 mg. Para este análisis se utilizó la termobalanza general V.4. 1c DuPont 2000, con una rampa de temperaturas de 10 °C/min y 30 g de muestra.

Antes de realizar el TGA a la muestra se le hizo un análisis de difracción de Rayos X, antes y después de realizar el TGA a la muestra. Los resultados obtenidos fueron los siguientes:

Para el análisis de TGA (Fig 6.2) se observó una ligera pérdida de peso que se dio desde que inició la corrida hasta los 650 °C, al llevarse a cabo el calentamiento ocurrió el siguiente cambio de fase:



En el TGA se observa que hay cambio de fase alrededor de 792 °C y es debido a que el CaCO₃ se descompone para producir CaO (la descomposición de CaCO₃ se realiza a 825 °C [32]), la pérdida de peso fue del 56% en peso.

Finalmente para los resultados de la difracción por Rayos X antes y después de realizar el análisis TGA fueron los siguientes: Para la muestra antes de realizar el TGA (Figura 6.3) se obtuvieron los minerales de calcita, anortita y albita, una vez realizado el análisis TGA, se hizo la difracción de rayos X [Figura 6.4], obteniendo Ca(OH)₂ debido a que el CaO es un material higroscópico el cual se hidrata con la humedad del ambiente, además se realizó un análisis de (SEM) para estas muestras en donde se encontraron cristales que probablemente correspondan a estructuras del Ca(OH)₂, es importante mencionar que las fibras que se observaron antes de realizar el análisis termogravimétrico [Figuras 4.2 y 4.3] ya no aparecieron, es probable que se trate de materia orgánica y que se haya llevado a cabo una combustión por la alta temperatura,

además la materia orgánica se encuentra en pequeña cantidad, anda alrededor del 1%, al observar el TGA se puede ver que tiene una caída de peso muy ligera. Las estructuras que se localizaron en SEM, son las que se presentan en la Figura 6.1.

Finalmente se puede decir que este tipo de muestras están constituidas por compuestos inorgánicos y que la posible cantidad de compuestos orgánicos es alrededor del 1%.



Figura 6.1 Micrografía en la que se presentan cristales de Ca(OH)_2

Sample: ESTUCO, E4 FASE GRIS/BLANCA
 Size: 30.1020 mg
 Method: ESTUCO, VENTURA
 Comment: ESTUCO 60ML O2/MIN, RAMP. 10C/MIN

TGA

File: A: ESTUCO.002
 Operator: JOFF
 Run Date: 28-Sep-95 08:49

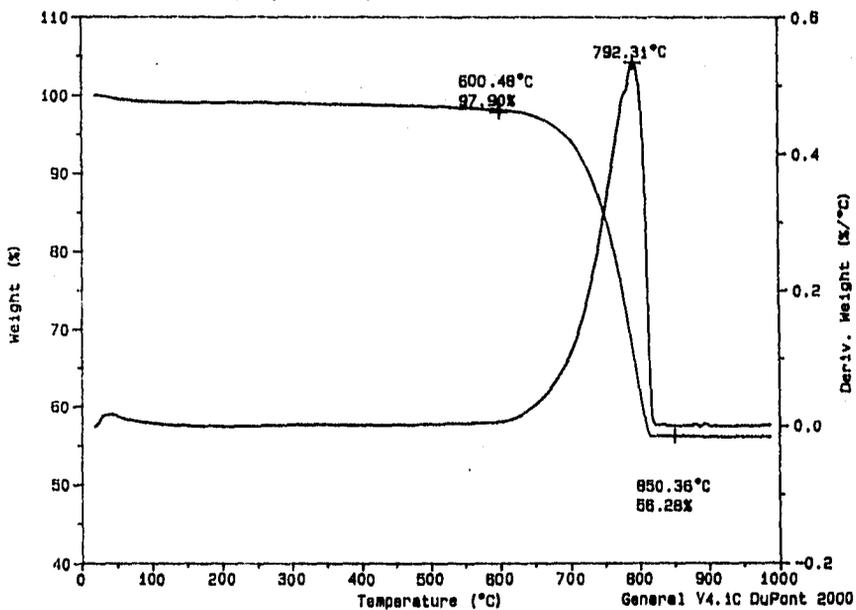


Figura 6.2 TGA de la muestra E4, de estuco.

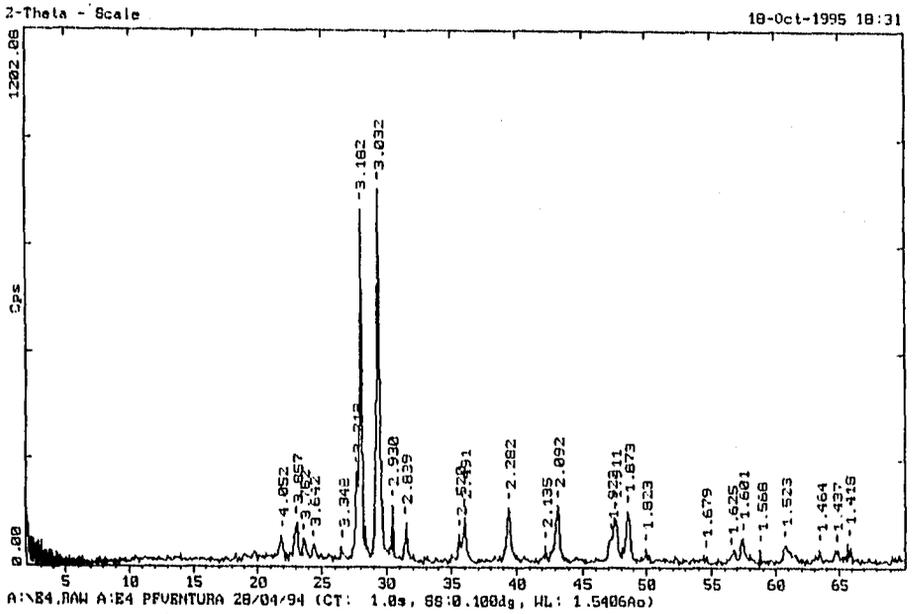


Figura 6.3 Difractograma de la muestra E4, realizado antes del TGA.
 En el cual se tiene Albita, Anortita y Calcita.

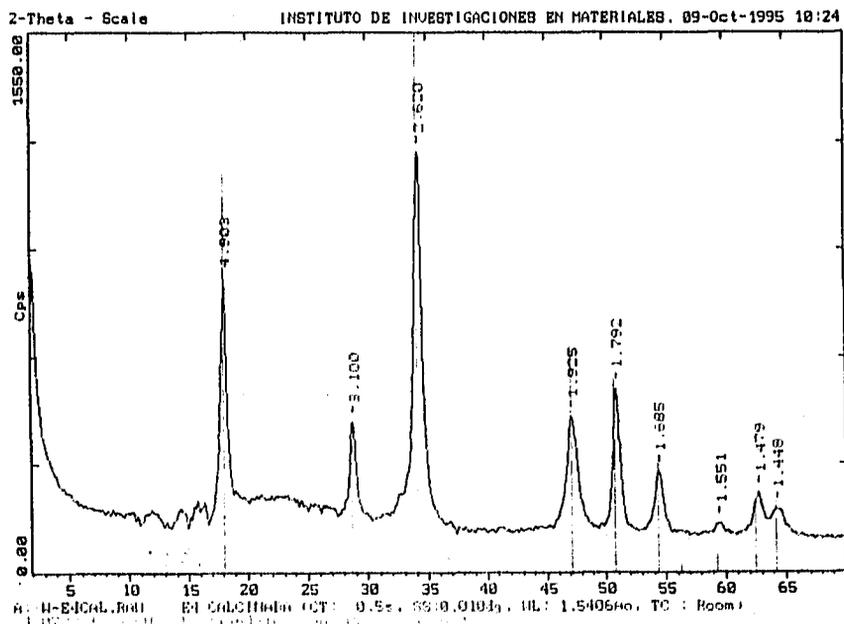


Figura 6.4 Difractograma de la muestra E4, realizado después del TGA.

Tabla 6.1 Tabla de valores de distancia interplanar e intensidades relativas experimentales comparados con los valores reportados en las tarjetas PDF. (muestra una vez realizado el TGA)

MINERAL	D_T	D_E	cps	I/I_T	I/I_E
Ca(OH)_2	4.9	4.9	7.1	74	68
Ca(OH)_2	3.112	3.1	3.8	23	36.5
Ca(OH)_2	2.628	2.62	10.4	100	100
Ca(OH)_2	1.927	1.92	3.9	42	37.5
Ca(OH)_2	1.796	1.79	4.6	36	44.2
Ca(OH)_2	1.687	1.68	2.5	21	24
Ca(OH)_2	1.557	1.55	1.2	3	11.5
Ca(OH)_2	1.484	1.479	2	13	19.23
Ca(OH)_2	1.449	1.448	1.6	13	15.3

CONCLUSIONES

CONCLUSIONES

Al aplicar las técnicas de caracterización se encontraron diferentes componentes en cada grupo de muestras (estucos, argamasas y techos), los compuestos encontrados fueron: albita, anortita, cuarzo y calcita, en la técnica de espectroscopía infrarroja (FTIR), se observó una marcada tendencia de ciertos compuestos hacia las muestras de estudio como la albita, la cual se localizó con mayor frecuencia en las muestras de techos y argamasas, la anortita predominó en los estucos, la calcita y cuarzo se obtuvieron en todos los grupos de muestras.

En la difracción de Rayos X, se obtuvieron fases cristalinas tales como calcita, albita y anortita, es importante señalar que para el estudio de caracterización por esta técnica se tuvieron problemas en cuanto a la identificación de feldespatos, debido a que los picos de difracción son muy parecidos tanto de albita como anortita, además al hacer la comparación de distancias interplanares e intensidades relativas experimentales con los valores reportados en las tarjetas PDF, fueron muy similares y coinciden con los dos feldespatos, por tal motivo se realizó una eliminación de carbonatos con HCl y nuevamente se analizó la muestra por difracción de Rayos X y SEM, los resultados fueron favorables debido a que por DRX se lograron identificar los picos de difracción tanto de anortita como albita [Fig. 3.1], y al observar la muestra por SEM se obtuvieron estructuras que probablemente se traten de feldespatos [Fig. 4.4]. Por lo que se concluye que tanto las argamasas como los estucos contienen calcita, anortita y albita, en los techos únicamente se obtuvo calcita. Estos resultados comparados con los obtenidos por espectroscopía infrarroja (FTIR) demuestran que los materiales localizados en las muestras son los más abundantes. Estas dos técnicas han sido muy útiles, debido a que con ambas se han podido corroborar los resultados obtenidos en cada una de las técnicas, es de importancia aclarar que estos compuestos no se presentan con la misma frecuencia, como se puede observar en la técnica de espectroscopía infrarroja (FTIR) no siempre se encontraron los feldespatos es probable que las bandas de ambos se encuentren sobrepuestas debido a la gran similitud en cuanto a sus propiedades. Es importante aclarar que el cuarzo se encontró por FTIR en todas las muestras, sin embargo por difracción de Rayos X no fue posible localizarlo posiblemente se debe a que FTIR detecta compuestos en concentraciones en partes por millón y DRX detecta concentraciones hasta el 5% en peso. En las muestras de techos analizadas por difracción de

CONCLUSIONES

Rayos X, únicamente se localizó calcita; sin embargo, en espectroscopia infrarroja se encontraron calcita, albita y cuarzo.

En microscopía electrónica de barrido (SEM), se obtuvo una marcada tendencia en cuanto a la morfología de cada grupo de muestras como ocurrió en los estucos, los cuales presentaron una gran cantidad de partículas que probablemente se traten de materia orgánica, debido a que se observaron fibras, las cuales tienen la particularidad de presentar en la parte central un surco, hubo otras que presentaron más de dos surcos, con una aproximación de 1.5 μm de ancho, este tipo de partícula fue localizada con mucha frecuencia en todas las muestras de estuco para verificar si se trataba de materia orgánica se hizo un análisis termogravimétrico el resultado fue que al observar la muestra por SEM una vez analizada por TGA ya no se encontraron más las fibras. Por lo que se presume que se trata de materia orgánica misma que se encuentra a bajas concentraciones y que muy probablemente se depositó por las condiciones en las cuales se encontraban las muestras, como ya se ha mencionado estaban las muestras expuestas a las condiciones ambientales del lugar, además del incendio que sufrió dicha zona arqueológica.

En las muestras de argamasa, las estructuras más frecuentes fueron estructuras de calcita y feldspatos, además de encontrar arreglos en forma compacta con fisuras como en la figura 4.6. En los techos se obtuvieron estructuras en formas cúbicas, rectangulares, aglomerados y barras planas, se presume que estas estructuras corresponden a la calcita.

En el análisis por la técnica PIXE, se observó una marcada diferencia en cuanto a ciertos elementos localizados en cada grupo de muestras, los estucos tuvieron mayor concentración de Al, Si, S, Cl y Ni. en cuanto a las argamasas se tuvieron mayor cantidad de Mg, Fe, Co y Cr. En las muestras de techo los elementos más abundantes fueron P, Ti, K y Ca, siendo este último elemento el que presentó concentraciones mayores en todas las muestras.

CONCLUSIONES

Una vez terminado el presente trabajo se puede decir que se cumplió finalmente nuestro objetivo: la determinación química y estructural de muestras arqueológicas, empleando diferentes técnicas de caracterización. Los resultados dan una notable diferencia en cuanto a las concentraciones (PIXE), en la aparición de compuestos (difracción por rayos X y espectroscopía infrarroja), así como la morfología y composición encontrada en cada grupo de muestras.

Esto prueba que para los estucos, argamasas y techos se debió realizar diferente tratamiento en cuanto a su preparación y manufactura, para cubrir las necesidades a las cuales estaban destinados.

Los análisis realizados en cada una de las técnicas han servido para concluir que los materiales más comunes en las muestras fueron calcita, albita, anortita y cuarzo.

A pesar de que en el presente trabajo se realizó una caracterización por varias técnicas analíticas que hasta el momento no habían sido utilizadas todas juntas para realizar un estudio como el presente, cabe mencionar que en cuanto a la morfología y la composición química elemental de las muestras, es recomendable que en estudios futuros se realicen tanto técnicas físicas como químicas que permitan determinar con precisión la estructura de los compuestos presentes en las muestras, y así obtener un estudio más detallado.

APENDICE II

APÉNDICE II

ARGAMASA

Es una pasta que se puede emplear para unir arena y roca triturada y otros tipos de áridos para formar una masa, hecha de una mezcla de cal apagada con agua y arena endurece gradualmente como consecuencia de la eliminación del agua y de la reacción con el anhídrido carbónico atmosférico, para producir CaCO_3 [28].

ESTUCO

Es una mezcla de diversos materiales, tales como cal, cemento y yeso. Este sirve para hacer aplanados, moldear figuras, decoración de interiores y exteriores también se usa en la última etapa de construcción, para utilizarlo como fondo en las pinturas [29].

CARBONATOS

Carbonatos anhidros, incluyen dos grupos distintos el grupo de la calcita y el grupo de la aragonita [26].

Grupo de la calcita RCO_3 Romboédrico

Calcita	CaCO_3
Dolomita	$\text{CaCO}_3\text{MgCO}_3$
Anquerita	$\text{CaCO}_3(\text{Mg,Fe})\text{CO}_3$
Magnesita	MgCO_3
Siderita	FeCO_3
Rodocrosita	MnCO_3
Smithsonita	ZnCO_3
Esferocobaltita	CoCO_3

Este grupo se caracteriza por su cristalización romboédrica.

Grupo de la aragonita RCO_3 , Ortorrómico

Aragonita	CaCO_3
Bromlita	$(\text{Ca}, \text{Ba})\text{CO}_3$
Witherita	BaCO_3
Estroncianita	SrCO_3

FELDESPATOS

La serie Albita-Anortita, representan ciertas secciones de esta serie isomorfa y es más recomendable tratar juntas a la anortita y albita. Tienen forma triclínica, las moléculas de albita ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) y de anortita ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) son miscibles, juntas forman una serie isomorfa que varía del feldespato sódico en un extremo, al feldespato de calcio en el otro, de estos dos se tienen varios minerales que se encuentran bajo una variación aproximada de composición asignada a cada uno, estas variaciones se pueden observar en la tabla siguiente:

	Molécula de albita	Molécula de 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 %

De albita a anortita existe un cambio progresivo de composición, hay un cambio correspondiente en cuanto a estructura [8-26].

OXIDOS DE SILICIO

A este grupo de minerales pertenece el cuarzo

ANDESITAS

Es volcánica contiene una proporción media de sílice, a temperaturas elevadas fluye con facilidad y cuando se enfría se espesa

BASALTOS

Son lavas basálticas, estas son rocas abundantes, se presentan en mesetas (mantos de gran espesor), sobre vastas extensiones, como las lavas regularmente se les llama basaltos de mesetas [27].

BRECHA

Es producto de la desecación y agrietamiento durante la retirada temporal de aguas, están formados por delgados trozos de pizarra y los calcáreos, en los cuales trozos delgados y pequeños de calcita o dolomita arenosa están incluidos en una matriz de calcita o calcita arenosa y dolomita, los fragmentos son angulosos en vez de ser redondeados [27].

CALIZAS

Son rocas compuestas de arcilla y limo, contienen principalmente y muchas impurezas con grandes cantidades de ópalo o calcedonia que pasan a pizarras silíceas. Sus colores van desde el blanco, amarillo, rojizo y verde, cuando se pule se les llama mármoles y existen diversas variedades [26].

LIMONITA

Es de origen secundario, como resultado de la alteración de otros minerales que contienen hidróxidos de hierro, goethita que es otro mineral $\text{FeO}(\text{OH})$, hematita Fe_2O_3 con cierta cantidad de agua, por la exposición a la humedad, aire y ácidos carbónicos orgánicos; se deriva en gran parte de la pirita, magnetita, siderita, dolomita etc. Además de varios silicatos (como mica, piroxeno etc.), que contienen hierro, es de color café rojizo, las arcillas de las rocas tienen varios tonos de café y amarillo debido a las partículas de limonita.

LUTITA

Está formada por arcillas y limo compactado es de grano fino que parece homogénea es de superficie suave y graso, contiene algo de arena fina ó de limo grueso, se parten en capas delgadas, en láminas. El color de las rocas de grano fino varía en diversos tonos de gris a verde, rojo y café. Las que contienen gran cantidad de carbón son negras.

ARENISCA

Consta de granos de arena cementados, con cambios progresivos en el tamaño de los granos, las areniscas gruesas se aproximan al conglomerado y las areniscas de grano fino pueden pasar a limonita. En muchas areniscas los granos son totalmente de cuarzo.

ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

APÉNDICE II

PEDERNAL

Es opaco y de colores mate, generalmente gris, moreno ahumado, y negro que tiende a moreno. El exterior generalmente es blanquecino, por la mezcla con cal o yeso en los que está empotrado, el pedernal de las formaciones de yeso, consiste en gran parte de restos de diatomeas, esponjas y otros productos marinos. El material colorante de la clase común es en su mayor parte sustancia carbonosa.

TOBA BASALTICA

Los materiales fragmentarios arrojados por los volcanes pueden llegar a compactarse y cementarse hasta formar una roca maciza, cuando el polvo ó la ceniza volcánica se consolida forma lo que se llama toba volcánica.

YESO

Es el sulfato más común, se encuentra en depósitos de grandes proporciones en su forma pura con frecuencia forma capas extensas en conexión con varias rocas sedimentarias, especialmente calizas, esquistos, gredas y arcillas, ocurre en rocas en todas las edades, prevalece en formación permianias, ha sido depositado en gran escala en aguas marinas y en cantidades más pequeñas se ha encontrado en las aguas de lagos salados [26].

CaCO₃ Calcite, syn Calcium Carbonate

APÉNDICE II

5- 586

JCPDS-ICDD Copyright 1994

QM**

Rad: CuKα1 Lambda: 1.5405 Filter: Ni d-sp:
 Cutoff: Int: Diffractometer I/Icor: 2.00
 Ref: Swanson, Fuyat, Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, II 51 (1953)

Sys: Rhombohedral (Hex) S.G.: R-3c (167)
 a: 4.989 b: c: 17.062 A: C: 3.4199
 A: B: C: Z: 6 mp:
 Ref: Ibid.

Dx: 2.71 Dm: 2.71 SS/FOM: F30=57(.016,33)

ea: 1.487 nwb: 1.659 ey: Sign: - 2V:
 Ref: Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., II 142

45 reflections in pattern. Page 1 of 2. Radiation= 1.54060

d A	Int.	h k l	d A	Int.	h k l
3.86	12	0 1 2	1.473	2	1 2 5
3.035	100	1 0 4	1.440	5	3 0 0
2.845	3	0 0 6	1.422	3	0 0 12
2.495	14	1 1 0	1.356	1	2 1 7
2.285	18	1 1 3	1.339	2	0 2 10
2.095	18	2 0 2	1.297	2	1 2 8
1.927	5	0 2 4	1.284	1	3 0 6
1.913	17	0 1 8	1.247	1	2 2 0
1.875	17	1 1 6	1.235	2	1 1 12
1.626	4	2 1 1	[1.1869]	<1	3 1 2
1.604	8	1 2 2	1.1795	3	2 1 10
1.567	2	1 0 10	[1.1728]	<1	0 1 14
1.525	5	2 1 4	1.1538	3	1 3 4
1.518	4	2 0 8	1.1425	1	2 2 6
1.510	3	1 1 9	1.1244	<1	1 2 11
1.0613	1	2 0 14			
1.0473	3	4 0 4			
1.0447	4	3 1 8			
1.0352	2	1 0 16			
1.0234	<1	2 1 13			
0.9655	2	3 0 12			
0.9895	<1	3 2 1			
0.9846	1	2 3 2			
0.9782	1	[1 3 10]			
0.9767	3	1 2 14			
0.9655	2	3 2 4			
0.9636	4	0 4 8			
0.9562	<1	0 2 16			
0.9429	2	4 1 0			
0.9376	2	2 2 12			

10-393

JCPDS-ICDD Copyright 1994

Na(Si Al)O
3 8

APÉNDICE II

Sodium Aluminum Silicate

Albite, disordered

Rad: CuK α Lambda: 1.5418 Filter: Ni d-sp:
 Cutoff: Int: I/Icor:
 Ref: Smith, Mineral. Mag., 31 47 (1956)

Sys: Triclinic S.G.: C-1 (2)
 a: 8.165 b: 12.872 c: 7.111 A: C:
 α : 93.45 B: 116.4 C: 90.28 Z: 4 mp:
 Ref: Ibid.

ρ_x : 2.61 D_m : 2.62 SS/FOM: F30=26(.016,72)

θ : 1.527 nwb: 1.532 ϵ_y : 1.534 Sign: + 2V: 45-55°
 Ref: Tuttle, Bowen, J. Geol., 58 572 (1950)
 42 reflections in pattern. Page 1 of 2. Radiation= 1.54060

d A	Int.	h k l	d A	Int.	h k l
6.428	8	0 2 0	2.950	10	0 -4 1
6.357	10	0 0 1	2.927	12	0 -2 2
5.841	2	-1 -1 1	2.917	2	-2 -2 2
5.666	2	-1 1 1	2.830	12	1 3 1
4.690	2	0 -2 1	2.654	4	-1 3 2
4.040	16	-2 0 1	2.518	8	-2 -4 1
3.881	12	1 -1 1	2.506	8	-2 4 1
3.752	30	-1 3 0	2.450	2	-1 5 0
3.639	12	1 3 0	2.369	4	2 4 0
3.476	6	-1 -1 2	2.301	2	-3 3 1
3.370	8	-1 1 2	2.281	2	-3 -3 1
3.211	30	0 4 0	2.266	2	-1 1 3
3.176	100	0 0 2	2.245	2	1 -3 2
3.129	12	2 2 0	2.182	2	0 4 2
3.016	8	1 -3 1	2.140	8	0 6 0
2.120	6	2 -4 1			
2.100	4	1 5 1			
1.992	2	-1 3 3			
1.987	2	0 6 1			
1.941	2	-2 -4 3			
1.924	2	-4 2 2			
1.873	6	2 2 2			
1.850	2	-4 0 3			
1.826	8	4 0 0			
1.819	1	2 6 0			
1.792	10	1 1 3			
1.774	7	-2 0 4			

APÉNDICE II

(Ca,Na)(Al,Si)₂Si₂O₈

Sodium Calcium Aluminum Silicate

Anorthite, sodian, ordered

Rad: CoK α Lambda: 1.7902 Filter: Fe d-sp:
 Cutoff: Int: Visual I/Icor:
 Ref: Goodyear, Duffin, Mineral. Mag., 30 306 (1954)

Sys: Triclinic S.G.: C-1 (2)
 a: 8.1648 b: 12.859 c: 7.0973 A: C:
 A: 93.57 B: 116.1 C: 89.78 Z: 4 mp:
 Ref: Cole et al., Acta Crystallogr., 4 20 (1951)

Ex: 2.68 Dm: 2.70 SS/FOM: F19=5(.086,42)

ea: 1.5606 nwb: 1.5639 ey: 1.5683 Sign: + 2V: 66-86°
 Ref: Emmons, Mem. Geol. Soc. Am., 52 26 (1953)

9- 465 JCPDS-ICDD Copyright 1994 QM=
 19 reflections in pattern. Page 1 of 1. Radiation= 1.54060

d A	Int.	h k l	d A	Int.	h k l
6.48	40	-1 1 0	2.95	70b	0 -4 1
4.68	40	0 -2 1	2.66	60	-3 1 1
4.04	80	-2 0 1	2.53	70	-2 -4 1
3.89	50	1 -1 1	2.51	60	1 -1 2
3.75	80	-1 3 0			
3.64	70	-1 -3 1			
3.47	50	-1 -1 2			
3.43	30	-2 -2 1			
3.37	60	-1 1 2			
3.26	50	-2 2 0			
3.23	80	[0 4 0]			
3.20	100	-2 0 2			
3.18	90	0 0 2			
3.14	70	2 2 0			
3.02	50	1 -3 1			

APÉNDICE II

12-301 JCPDS-ICDD Copyright 1994 QM=1

CaAl Si O
2 2 8

Calcium Aluminum Silicate

Anorthite, ordered

Rad: CuK α Lambda: 1.54056 Filter: d-sp: D.S. -114.6
Cutoff: Int: I/Icor:
Ref: deWolff, Technisch Physische Dienst, Delft, Netherlands, ICDD
Grant-in-Aid

Sys: Triclinic S.G.: P-1 (2)
a: 6.184 b: 12.865 c: 14.150 A: C:
A: 92.28 B: 115.9 C: 91.62 Z: 8 mp:
Ref: Cole et al., Acta Crystallogr., 4 20 (1951)

Dx: 2.76 Dm: 2.76 SS/FOM: F30=6(.042,115)

Det: Deer, Howie, Zussman, Rock Forming Minerals, 4 94

12-301 JCPDS-ICDD Copyright 1994 QM=1
90 reflections in pattern. Page 1 of 3. Radiation= 1.54060

d A	Int.	h k l	d A	Int.	h k l
6.81	1	-1 -1 1	3.51	3	1 -2 2
6.52	9	-1 1 0	3.47	11	-2 2 1
6.42	1	0 2 0	3.44	3	-1 -1 4
6.35	<1	0 0 2	3.41	7	-2 -2 2
5.79	1	-1 -1 2	3.37	25	-1 1 4
5.10	<1	1 -1 1	3.26	55	1 3 1
4.69	11	1 2 0	3.21	35	0 4 0
4.04	60	-2 0 2	3.20	100	-2 2 3
3.92	11	1 -1 2	3.18	75	2 0 1
3.78	20	-1 3 0	3.12	45	2 2 0
3.76	13	1 1 2	3.04	17	0 1 4
3.69	1	-2 0 3	2.983	<1	-2 3 1
3.68	1	2 0 0	2.953	25	-1 -4 1
3.62	25	0 -2 3	2.935	17	0 -4 2
3.61	7	1 3 0	2.895	7	1 4 0

APÉNDICE II

12-301 JCPDS-ICDD Copyright 1994 QM=1
 90 reflections in pattern. Page 2 of 3. Radiation= 1.54060

d Å	Int.	h k l	d Å	Int.	h k l
2.828	19	1 3 2	2.324	7	-1 0 6
2.805	7	0 4 2	2.315	<1	1 -4 3
2.676	1	-2 -1 5	2.298	<1	-3 3 3
2.655	11	-2 1 5	2.272	5	-2 3 5
2.557	5	-3 0 4	2.265	5	-3 -3 2
2.525	25	-2 -2 5	2.239	3	0 -3 5
2.511	1	-3 1 4	2.234	3	3 0 1
2.502	25	-3 2 3	2.223	<1	3 -1 1
2.479	1	-3 -2 2	2.202	<1	-3 3 4
2.461	<1	1 1 4	2.160	3	-2 5 0
2.438	3	2 2 2	2.143	15	0 5 3
2.430	3	0 -5 2	2.119	1	-1 -5 4
2.406	3	0 -2 5	2.097	7	-3 1 6
2.385	5	3 1 0	2.070	<1	-1 4 5
2.360	5	2 4 0	2.034	1	1 -6 1

12-301 JCPDS-ICDD Copyright 1994 QM=1
 90 reflections in pattern. Page 3 of 3. Radiation= 1.54060

d Å	Int.	h k l	d Å	Int.	h k l
2.020	9	-1 6 2	1.838	17	4 0 0
2.006	3	-3 4 4	1.819	<1	-3 5 0
1.992	3	0 6 2	1.810	3	2 6 0
1.986	3	2 3 3	1.801	5	-1 7 0
1.967	3	-1 -1 7	1.797	7	1 1 6
1.958	3	1 -3 5	1.778	1	2 -5 3
1.944	<1	-4 0 1	1.769	20	-1 -7 2
1.933	13	-4 -2 3	1.761	5	-1 3 7
1.923	5	2 -5 2	1.755	1	0 5 5
1.907	3	-2 6 2	1.750	1	1 5 4
1.892	5	-2 6 0	1.740	1	-3 -5 5
1.885	1	-4 2 1	1.732	5	2 -6 2
1.879	7	-3 5 1	1.718	5	0 -7 3
1.866	1	1 -5 4	1.703	3	-4 -4 3
1.846	13	-3 -2 7	1.683	3	0 -5 6

APÉNDICE II

4 733 ICPOS-ICOD Copyright (c) 1991 Rad. = 1.54056 Quality: 1

				2-theta	Int.	h k l			
Ca(OH) 2									
Calcium Hydroxide				18.089	74	0	0	1	
Portlandite, syn				28.667	23	1	0	0	
				34.088	130	1	0	1	
				35.596	3	0	0	2	
				47.127	42	1	0	2	
Radi: CuK α Lambda: 1.54056 Filter: Ni d-sp:									
Cutoff: Int: Diffractometer 1/ICorr: 1.40				50.794	36	1	1	0	
Ref: Swanson, Tatge, Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, 1 58 (1953)				54.336	21	1	1	1	
				56.251	1	0	0	3	
				59.303	3	2	0	0	
				62.538	13	2	0	1	
Sys: Hexagonal S.G.: P-3mC (164)									
a:	3.593	b:	4.909	A:		C:	1.3663		
Ref: Ibid.	B:	C:		Z:	1	mp:			
				64.226	13	1	1	2	
				71.777	8	2	0	2	
				77.697	1	0	0	4	
Dx: 2.74 Dyz:	SS/FOM: F28-14(.052,39)			78.999	1	1	1	3	
				81.822	3	2	1	0	
ea:	mwB:	ey:	Sign:	Zv:					
Ref:					84.721	11	2	1	1
					86.185	2	2	0	3
					93.226	12	2	1	2
Pattern at 27 C. NBS analysis shows about 0.214 MgO, 0.14 Ba and no other impurities over 0.04%. Levil, Journ. Chim. Ind. Applicata, 6 333-7 (1924). Merck Index, 8th Ed., p. 173. Structure (S, Cd)2 type. Brucite group, brucite subgroup. PSC: HPS. Nwt: 75.09. Volume[CO]: 54.88.				95.989	5	3	0	0	
				98.826	7	3	0	1	
				107.559	4	2	1	3	
				110.603	1	1	0	5	
				116.156	1	2	2	0	
				121.292	7	2	2	1	
				123.120	1	3	0	3	

2-theta	Int.	h k l	2-theta	Int.	h k l	2-theta	Int.	h k l
126.578	2	3 1 0						
130.119	6	2 1 4						
142.272	5	3 1 2						

REFERENCIAS

- [1] Arqueología mexicana
Últimos descubrimientos (1994) 11, No 10
- [2] Kenneth G. Hirth 1988
Tiempo y asentamientos en Xochicalco
Universidad Nacional Autónoma de México
- [3] Ignacio Marquina 1951
Arquitectura prehispánica
INAH, SEP.
- [4] Curtis Marcott
Infrared Spectroscopy
The Procter & Gamble Company, Miami Valley Laboratories
Metal handbook 9 Ed, Vol 0, Caracterización, ASM International
- [5] Pablo C. Schulz Becker, Alfredo Leslie Allan (1993)
Espectroscopia IR
Universidad De Guadalajara
- [6] Infrared Spectroscopy Fundamental, Techniques, And Analytical
Problem-Solving 1979
A Wiley Interscience Publication VOL 54
John Wiley & Sons
- [7] Ivan Simon 1968
Radiación Infrarroja
Ed. Reverte Mexicana S.A, México
- [8] H. W. Vander Marel, H. Beutelspacher
Atlas of Infrared Spectroscopy of Clay Minerals and Their Admixtures
Ed. Elsevier Scientific Publishing
- [9] Hobart. H. Willard (1991)
Método instrumental de análisis
- [10] W. J. y N. Phillips, 1986
Fundamentos de mineralogía para geólogos
Ed. Limusa
- [11] Bermudez de Castro, Mosquera José María, 1963
Los Rayos X y su aplicación industrial
Ed. Monte corvo
- [12] María Asunción Castellanos R.
Cuadernos de posgrado química inorgánica VI; UNAM P 21-43

- [13] Harold P. Klug
 Procedures for polycrystalline and amorphous
 Ed. John Wiley & Sons, inc
- [14] Joy, Fiori, Lifshim, Goldstein Newbury
 Scanning electron microscopy and X-Ray microanalysis
- [15] KeveX Corporation (1988)
 Energy dispersive X-Ray microanalysis
 San. Carlos California
- [16] Rafael Angel Barrios Paredes (1982)
 Formacion de imagenes en el microscopio electrónico
 Cuadernos de IIM, UNAM
- [17] M.J Yacamán, A. Gomez, D Romeu, R. Rioja, 1981
 Notas de microscopía electrónica Vol.4 IFUNAM
- [18] D.K Bowen, C.R. Hall, 1975
 Microscopy of materials modern imaging methods using electron x-ray and ion beams
 The MacMillan PRESS LTD
- [19] Javier Miranda
 La emisión de Rayos X inducida por protones como técnica de análisis
 Instituto de Física, U.N.A.M.
- [20] Javier Miranda Martín del Campo, tesis doctoral
 U.N.A.M. 1989
- [21] A. Oliver, J. Miranda, K Lopez
 Diseño y características de una cámara de dispersión para análisis de materiales con PIXE
- [22] P. Van Espen H. Nullens, W.Maenhaut, Microbeam Analysis, D.E Newbury San Francisco Press, San Francisco 1979 p 265
- [23] J. Rickards, a. Oliver, J. Miranda y E.P. Zironi, APPL. Surf. Sci 45 (1990) 155
- [24] José Luis Ruvalcaba Sil, Tesis profesional
 U.N.A.M.,
- [25] J. Miranda, A. Oliver
 PIXE Analysis of cave sediments, prehispanic paintings and obsidian cutting tools from Baja California Sur caves
 Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B75 (1993) 454-457
- [26] Edward Salisbury Dana, 1975
 Tratado de mineralogía
 Ed. John Wiley & Sons Inc,

- [27] E. Vm Heinrich, 1972
Petrografía microscópica
Ed. Omega Barcelona
- [28] H.F.W Taylor
La química de los cementos VOL II
- [29] Karl Lade, Adolf Winkler, 1962
Yesería y estuco revocos, enlucidos, moldeos, rabitz
Ed. Gustavo Gili S.A
- [30] G. L. I. Brissaud, J. Caillerest, P. Fontes
Thick target PIXE analysis of clays for archeological studies
Nuclear instruments and methods in physics research B1 (1984) 45-50.
- [31] Chester R. Longwell, Richard F. Flint, 1971
Geología física, Ed. LIMUSA - Willey S.A. 1ª Edición.
- [32] Lidia Ortiz Velazquez, Tesis profesional (1995)
UNAM.