Universidad Nacional Mayor de San Marcos
Universidad del Perú. Decana de América
Facultad de Ciencias Físicas
Escuela Académico Profesional de Física

Caracterización por técnicas físicas de céramicas antiguas provenientes de la "Huaca San Marcos", correspondiente al horizonte medio

MONOGRAFÍA TÉCNICA

Para optar el Título Profesional de Licenciada en Física

AUTOR

Silvia Marisel ESPINOZA SUÁREZ

ASESOR

Angel Guillermo BUSTAMANTE DOMÍNGUEZ

Lima, Perú

2008



Reconocimiento - No Comercial - Compartir Igual - Sin restricciones adicionales

https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/

Usted puede distribuir, remezclar, retocar, y crear a partir del documento original de modo no comercial, siempre y cuando se dé crédito al autor del documento y se licencien las nuevas creaciones bajo las mismas condiciones. No se permite aplicar términos legales o medidas tecnológicas que restrinjan legalmente a otros a hacer cualquier cosa que permita esta licencia.

Referencia bibliográfica

Espinoza, S. (2008). *Caracterización por técnicas físicas de céramicas antiguas provenientes de la "Huaca San Marcos", correspondiente al horizonte medio*. Monografía Técnica para optar el título profesional de Licenciada en Física. Escuela Académico Profesional de Física, Facultad de Ciencias Físicas, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima, Perú.

A Ricardo

AGRADECIMIENTOS

Agradezco infinitamente a mis padres, Nilo y Beatriz, por su apoyo y ejemplo; a mis hermanos: Paula, Gabriel, Alejandro y Rosario, por su confianza y ánimo.

A mis amigos de café Lucho y Bram por sus invalorables aportes, también a Jeffery, y Vanesa por su amistad.

A los profesores Dr. Eusebio Torres Tapia, Dr. Jorge Bravo y a la memoria de César Chung, por el empuje inicial en este proyecto. Al Dr. Luis Ruvalcaba Sil por el material concedido.

A la Dra. Rosa B. Scorzelli por su importante colaboración con el estudio de la arqueometría, como también al establecimiento del nuevo laboratorio de arqueometría en la Facultad de Ciencias Físicas de la UNMSM y cuyo ejemplo a seguir es ya uno de los pilares de mis subsiguientes pasos.

Al Centro Latinoamericano de Física (CLAF) que a través del fallecido Dr. Luis Masperi, ayudó al funcionamiento del proyecto de arqueometría, gracias al cual pude obtener espectros Mössbauer a bajas temperaturas en el laboratorio de Espectroscopia Mössbauer en el Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CPBF) Río de Janeiro – Brasil; además del impulso permanente a la ciencia en Latinoamérica.

Al Dr. Ángel Bustamante por su apoyo constante en el avance de la ciencia en nuestro país, por sus innovadoras ideas y su asesoramiento en el avance de la presente tesis.

RESUMEN

En este trabajo se presenta un extensivo análisis de tiestos ceramios usando técnicas físicas, los mismos que fueron encontrados en la Huaca San Marcos pertenecientes a la época Wari (600-1000 d.c.), Horizonte Medio, estilo Pachacámac. El objetivo de este trabajo es hacer una comparación del estilo Pachacámac con otros ceramios de la ciudad sagrada, así como también con otros estilos hallados en la Huaca San Marcos.

Este estudio ha sido planteado con un carácter multidisciplinario con el objetivo de hacer una clasificación en grupos de hallazgos cerámicos, tanto por su aspecto morfológico (pinturas, formas, etc.) como por las fases mineralógicas presentes. Se aplicó espectroscopia Mössbauer; medidas realizadas a temperatura ambiente y a bajas temperaturas. El estudio realizado en el Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (C.B.P.F.) hizo posible observar la hematita, magnetita, Fe^{2+} y Fe^{3+}. Asimismo, haciendo uso de la difracción de Rayos X se pudo identificar las fases mineralógicas del tipo aluminosilicatos presentes en las muestras tales como cuarzo, albita, lepidolita. Se complementa el estudio con la microscopía electrónica de barrido (MEB) y el micro análisis por EDX, en el que se determinó la presencia de elementos como Al, Si, O, Fe, Mg, Ca, Pb, Th.

Todo el análisis tiene el propósito de establecer una base para el estudio de contactos culturales y rutas de intercambio entre los pobladores del Horizonte Medio y Periodo Intermedio Tardío, ya que desde una composición mineralógica elemental es posible distinguir grupos foráneos y locales.

Finalmente, contrastando la clasificación visual detallada por los arqueólogos con las fases mineralógicas encontradas por espectroscopia Mössbauer y difracción de rayos X, se trata de establecer una mejor clasificación de los tiestos.

ABSTRACT

In this work I present an extensive analysis of characterization, using physical technics, of ceramic pieces found in the "Huaca San Marcos", belonging to the Wari period (600 – 1100 A.C.), middle horizont Pachacamac style, this whith the purpose of comparise this style with other pieces of Pachacamac´s sacrate cities and its variation in reference with other styles of the same place.

This project has a multidiciplinary characteristic, in wich it has been applied the Mössbauer espectroscopy at room temperature (RT), and low temperature (taken the measurents at Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF)). The purpose was the classication of the discovered ceramics into groups, not only its archeological aspects (paint, shape, etc) its mineralogical phases (where was posible to see hematite, magnetite, illita, Fe^{2+} and Fe^{3+}) as well. A semicuantitative analisys using X - ray difraction, gave us that the identification of the mineralogical phases were aluminosilicate types: Quartz, Albite, Anorthite and Pb. Furthermore a complementary study through a Scanning Electron Microscope (SEM) with EDX revealead the presence of O, Si, Mg, Al, Fe, Pb, K, Th and Ca.

The main objetive of this project is to establish a basement for the studies of cultural interactions and interchaging ways between middle horizont´s people, because since an elemental composition of the mineralogy in their ceramics it is posible to see foreigner and local groups.

Finally a visual clasification made by archeologists is contrasted with the mineralogic phases found by Mössbauer spectroscopy and X ray difraction; this is to find the best clasification of the ceramic pieces.

Pag.

Dedicatoria ii

Agradecimientos iii

Resumen iv

Abstract v

Índice vi

Lista de figura viii

Lista de tablas xii

Introducción xiv

Huaca San Marcos xv

Cerámica Wari xxi

Pachacamac xxii

Capítulo I. Fundamento teórico

1.1 La difracción de rayos X 1

1.2 La Espectroscopia Mössbauer: Teoría e interacciones hiperfinas 4

1.3 Microscopia electrónica de Barrido 13

CAPITULO II :Parte experimental

2.1 Preparación de las muestras 21

2.2 Equipo de rayos X

2.2.1 El equipo de rayos X 21

2.2.2 Identificación de fases mineralógicas 23

2.3 Equipo Mössbauer

2.3.1 El espectrómetro Mössbauer 24

2.3.2 Ajuste de espectros 27

2.3.2.1 Registro gráfico de espectros 27

2.3.2.2 Calibrado del Fe metálico 27

2.3.2.3 Ajuste de espectros experimentales a una suma de curvas Lorentzianas 28

2.4 Equipo de Microscopía Electrónica de Barrido y EDX

2.4.1 El Microscopio Electrónico de Barrido 28

2.4.2 Preparación de Muestras: Técnica de recubrimiento en Oro 30

CAPITULO III: Resultados y discusión

3.1 Cerámica San Marcos estilo Wari

3.1.1 Análisis por rayos X 32

3.1.2 Análisis por espectroscopia Mössbauer 33

3.1.3 Análisis por MEB y EDX. 38

3.2 Cerámica Huaca Pachacamac estilo Wari

3.2.1 Análisis por rayos X 49

3.2.2 Análisis por espectroscopia Mössbauer 50

3.2.3 Análisis por MEB y EDX. 51

3.3 Cerámica San Marcos estilos Variados

3.3.1 Análisis por rayos X 57

3.3.2 Análisis por espectroscopia Mössbauer 58

3.3.3 Análisis por MEB y EDX. 63

3.4 Resultados del análisis mineralógico por difracción de rayos X 69

3.6 Resultados del análisis del análisis químico EDX 70

CONCLUSIONES 71

Bibliografía 73

ANEXO 75

Pag.

Lista de figuras.

Figura 1.Plano de Lima xv

Figura 2. Cerámica G1 xviii

Figura 3. Cerámica G2 xix

Figura 4. Cerámica G5. xix

Figura 5 Cerámica E xx

Figura 6.Vaso con diseños policromos. Cerámico Wari. xxi

Figura 7: Plano de la Ciudad Sagrada de Pachacamac xxii

Figura 8.Cerámica encontrada en el Santuario de Pachacamac xxiv

Figura 9 Cerámica P1 xxiv

Figura 1.1 Tubo simple de rayos X 1

Figura 1.2 Radiación X que es emitida por el átomo como un frente de onda esférico. 2

Figura 1.3 Deducción de la ley de Bragg. 3

Figura 1.4. Decaimiento nuclear y proceso de excitación 4

Figura 1.5 Espectro Mössbauer de la hematita (α-Fe_20_3) a temperatura ambiente. 6

Figura 1.6 Espectro Mössbauer de la Magnetita (Fe_30_4) a temperatura ambiente. 7

Figura 1.7 Diagrama de la moscovita 10

Figura 1.8 Señales que se utilizan en diferentes técnicas de MEB 13

Figura 1.9 Bombardeo de un haz de electrones 14

Figura 1.10 Producción de rayos X 16

Figura 1.11 Espectro de emisión de electrones de una muestra al ser excitada por el bombardeo de un haz primario de energía E_O 17

Figura 1.12 Imagen de electrones secundarios y de electrones retrodispersados 18

Figura 2.1.Disposición del difractómetro de rayos X 22

Figura 2.2 Equipo Miniflex usado 22

Figura 2.3 Gráfica del difractograma de la cerámica E. 23

Figura 2.4 Espectrógrafo Mössbauer, diagrama de bloques 25

Figura 2.5 Equipo a temperatura ambiente Halder. 26

Figura 2.6 Equipo a bajas tempeturas Displex. 26

Figura 2.7 Sistema del MEB Y EDX 30

Figura 2.8. Recubrimiento con oro 31

Figura 3.1**.** Difractograma de rayos X de las muestras cerámicas designadas como G enumeradas del 1 al 6. 32

Figura 3.2**.** Difractograma de rayos X de las muestras cerámicas designadas como G enumeradas del 6 al 12.. 33

Figura 3.3. Espectro Mössbauer de las muestras G1, G2 y G3. 34

Figura 3.4 Espectro Mössbauer de las muestras G4, G5 y G6. 35

Figura 3.5. Pasta G 1, a alta velocidad con temperaturas de 16.5 y RT. 37

Figura 3.6. Vista panorámica (200x de aumento) de la cerámica G1. 38

Figura 3.7**.** Aumento 6400x del grano A de la cerámica G1. De un diámetro 39

horizontal aproximado de 10µm.

Figura 3.8. Análisis químico por EDX del grano A de la cerámica G1 39

Figura 3.9. Aumento 1600x del grano B de la cerámica G1. De un diámetro horizontal aproximado de 35µm. 40

Figura 3.10. Análisis químico por EDX del grano A de la cerámica G1. 40

Figura 3.11. Aumento 983x del grano C de la cerámica G1. De un diámetro horizontal aproximado de 60µm 41

Figura 3.12. Análisis químico del grano C de la cerámica G1. 41

Figura 3.13**.** Aumento 6400x del grano D cerámica G1, con un diámetro aproximado de 8µm 42

Figura 3.14. Análisis químico del grano D de la cerámica G1.. 42

Figura 3.15. Vista panorámica (200x de aumento) de la cerámica G2. Los granos A, B, C, y D serán analizados en los subsiguientes gráficos 43

Figura 3.16. Aumento 983x del grano A de la cerámica G2, cuyo diámetro aproximado es de 70µm sobre la línea vertical. 44

Figura 3.17. Análisis químico del grano A de la cerámica G2. 44

Figura 3.18. Aumento 3393x del grano B de la cerámica G2, cuyo diámetro aproximado es de 30µm sobre la línea diagonal del mismo. 45

Figura 3.19. Análisis químico del grano B de la cerámica G2, donde se observa la presencia de cuarzo, aluminosilicatos y Hierro. 45

Figura 3.20**.** Aumento 2240x del grano C de la cerámica G2, cuyo diámetro aproximado sobre la línea horizontal es de 30µm sobre la línea diagonal del mismo. 46

Figura 3.21. Análisis químico del grano C de la cerámica G2. 46

Figura 3.22**.** Aumento 4481x del grano D de la cerámica G2. 47

Figura 3.23. Análisis químico del grano D de la cerámica G2. 47

Figura 3.24. Difractograma de rayos X de las muestras cerámicas designadas como P1 y P2. 49

Figura 3.25 Espectro Mössbauer de las muestras P1 y P2. 50

Figura 3.26 Vista panorámica (100x de aumento) de la cerámica P1 51

Figura 3.27. Aumento 1018 del grano A de la cerámica P1. De un diámetro horizontal aproximado de 20µm 52

Figura 3.28. Análisis químico por EDX del grano A de la cerámica P1 52

Figura 3.29. Aumento 1215 del grano B de la cerámica P1. De un diámetro horizontal aproximado de 45µm 53

Figura 3.30 Análisis químico por EDX del grano B de la cerámica P1. 53

Figura 3.31. Aumento 1018 del grano A de la cerámica P1. De un diámetro horizontal aproximado de 20µm. 54

Figura 3.32. Análisis químico por EDX del grano C de la cerámica P1. 54

Figura 3.33. Aumento 3295 del grano D de la cerámica P1. De un diámetro horizontal aproximado de 20µm 55

Figura 3.34 Análisis químico por EDX del grano D de la cerámica P1. 55

Figura 3.35. Difractograma de rayos X de las muestras cerámicas designadas como A, B, D y E. 57

Figura 3.36 Muestra cerámica perteneciente a la Huaca San Marcos, estilo A, B, D, y E. 59

Figura 3.37. Cerámica San Marcos, estilo A. Espectro tomado a alta velocidad con temperaturas de 16.5 K, 50K y RT. 62

Figura 3.38.Vista panorámica (200x de aumento) de la cerámica A. 63

Figura 3.39 Aumento 1900x del grano A de la cerámica A. De un diámetro horizontal aproximado de 30μm. 64

Figura 3.40. Análisis químico por EDX del grano A de la cerámica A 64

Figura 3.41. Aumento 1600x del grano B de la cerámica A. De un diámetro horizontal aproximado de 12μm. 65

Figura 3.42. Análisis químico por EDX del grano B de la cerámica A. 65

Figura 3.43. Aumento 3070x del grano C de la cerámica A. 66

Figura 3.44. Análisis químico del grano C de la cerámica A. 66

Figura 3.45. Aumento 2673x del grano C de la cerámica A. De un diámetro horizontal aproximado de 30 μm 67

Figura 3.46. Análisis químico del grano D de la cerámica A. 67

Figura 3.47. Aumento 3783x del grano E de la cerámica A 68

Figura 3.48. Análisis químico del grano A de la cerámica E 68

Lista de tablas

Tabla 1.1 Aplicación de la espectroscopia Mössbauer al estudio de la cerámica 12

Tabla 3.1 Parámetros hiperfinos de las especies minerales identificadas de las cerámicas 35

Tabla 3.2. Relación de fracciones de absorción resonante integrados, de la cerámica G. 36

Tabla 3.3**.** Parámetros hiperfinos de las especies minerales identificadas de la cerámica muestra G1 a 16.5 K. 37

Tabla 3.4. Relación de fracciones de absorción resonante integrados, de la cerámica pasta G a temperatura de 16.5 K. 37

Tabla 3.5. Porcentaje de abundancia de los elementos en la muestra cerámica G1 analizados mediante dispersión de energía. 43

Tabla 3.6. Porcentaje de abundancia de los elementos en la muestra cerámica G2 analizados mediante dispersión de energía. 48

Tabla 3.7. Parámetros hiperfinos de las especies minerales identificadas de las cerámicas 50

Tabla 3.8. Relación de fracciones de absorción resonante integrados, de la cerámica P. 51

Tabla 3.9**.** Porcentaje de abundancia de los elementos en la muestra cerámica P1 analizados mediante dispersión de energía. 56

Tabla 3.10. Tabla composicional adquirida en el difractograma de rayos X. 58

Tabla 3.11. Relación de fracciones de absorción resonante integrados, de las cerámicas pastas A, B, D y E. 60

Tabla 3.12**.** Parámetros hiperfinos de las especies minerales identificadas de la cerámica pasta A, a temperaturas de 16.5 y 50 k. 60

Tabla 3.13. Relación de fracciones de absorción resonante integrados, de las cerámicas pastas A, B, D y E 61

Tabla 3.14. Relación de fracciones de absorción resonante integrados, de la cerámica pasta A, a temperaturas de 16.5K , 50 K y a RT. 62

Tabla 3.15. Porcentaje de abundancia de los elementos en la muestra cerámica A analizados mediante dispersión de energía. 69

Tabla 3.16 Resultados Mineralógicos por Difracción de rayos X. 69

Tabla 3.17 Resultados del análisis químico por EDX. 70

INTRODUCCION

En la presente investigación se estudiaron 12 ceramios de estilo Pachacámac encontrados en la Huaca San Marcos, los cuales llamaremos en adelante pasta G, además de cuatro (04) ceramios encontrados en el mismo lugar, probablemente de estilo Ichma (denominada pasta A), Nievería Derivado (pasta B), Lima Tardío (pasta D), Nievería (pasta E), para hacer la comparación respectiva. Además de dos (02) ceramios hallados en el Santuario de Pachacámac (pasta P). Las muestras G y P son indicadas por los arqueólogos como del mismo estilo llamado Pachacamac y época Wari.

Con el propósito de establecer una mejor clasificación de los tiestos, la clasificación visual realizada por los arqueólogos es contrastada con las fases mineralógicas encontradas por espectroscopia Mössbauer y difracción de Rayos X. Dicho labor se complementa a través de la microscopía electrónica de barrido (MEB) y micro análisis por EDX.

El análisis de las muestras cerámicas tiene el propósito de establecer una base para el estudio de contactos culturales y rutas de intercambio entre los pobladores del Horizonte Medio, ya que, desde la composición mineralógica elemental de los tiestos ceramios, es posible distinguir los grupos foráneos y locales.

HUACA SAN MARCOS

AREA DE DISPERSIÓN

La denominada “Huaca San Marcos” es una pirámide construida de adobitos, que responde a ocupaciones sucesivas y superpuestas.

En torno a ella se han edificado otras construcciones de menor tamaño, pero del mismo tipo y estilo, conformando esta agrupación siete (07) huacas ubicadas a unos dos km de la margen izquierda del río Rímac y siguiendo por la actual Av. Venezuela a la altura del kilómetro 8 entre Lima y Callao en los predios de la Ciudad Universitaria de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos.

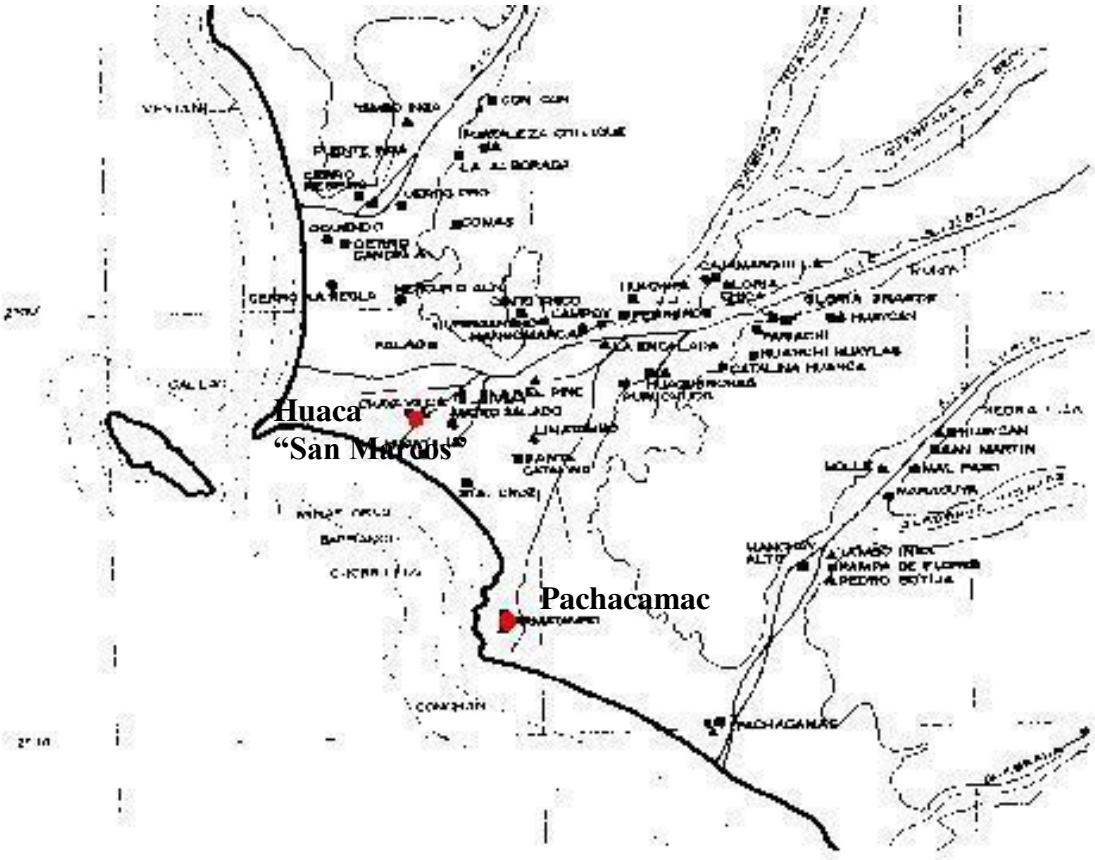


Figura 1. Plano de Lima

CRONOLOGÍA

Los grupos Maranga, Lima y Protolima --cuya área ocupacional ha sido delimitada tentativamente entre las zonas costeras de los valles Chillón, Rímac y Lurín, hasta las primeras estribaciones de los Andes a la altura Vitarte-- temporal o cronológicamente pertenecen a una cultura caracterizada como regional, que aparece, se desarrolla y concluye su ciclo antes de la expansión Wari (600 – 1000 d.c.), tal como sugieren y demuestran las últimas investigaciones realizadas sobre la cultura Maranga (0–600 d.c.) de naturaleza temporal pre – Tiahuanaco.

CLASIFICACION DE LOS CERÁMIOS ENCONTRADOS

Las investigaciones arqueológicas desarrolladas en la Huaca San Marcos han permitido identificar hasta cuatro (04) estilos alfareros distintos: Lima Tardío (asociado a las fases 8 y 9 de Patterson), Nievería (Nievería y Nievería Derivado), Pachacámac e Ichma Tardío. La clasificación de los ceramios depende del color, espesor, forma, acabado, brillo relacionada al tipo de cocción empleada. Asimismo, se han podido identificar hasta nueve (09) tipos de ceramios codificados como pastas desde la A a la I, siendo la relación entre estilos la siguiente:

A: Es de color marrón oscuro, de textura porosa con abundantes inclusiones pequeñas y medianas, en su mayoría cuarzo transparente, cuarzo lechoso, micas y biotitas. En la superficie presenta un alisado fino y en algunos casos bruñido. Generalmente no muestra decoración en la superficie y se asocia a los estilos Lima Tardío, Pachacámac e Ichma.

B: Cerámica semi-compacta de color rojo ladrillo a anaranjado con abundantes inclusiones pequeñas y medianas, en su mayoría cuarzo transparente, cuarzo lechoso,

biotitas y micas. Presenta alisado y bruñido en la superficie. Se asocia al estilo Lima Tardío, presentando en este caso decoración externa tricolor (rojo, negro y blanco), al Nievería Derivado y al estilo Ichma, en la cual la decoración es en rojo o crema.

C: Es la versión reducida del ceramio nombrado como B, presentando una coloración plomiza. Se asocia a los estilos Lima Tardío e Ichma.

D: Es porosa con abundantes inclusiones pequeñas, medianas y grandes, en su mayoria cuarzo transparente, cuarzo lechoso, biotita negra y mica dorada. Es de color rojo ladrillo a naranja. Se asocia al estilo Lima Tardío.

E: Es compacta, sus inclusiones se encuentran presentes en poca cantidad. Es de color rojo ladrillo a amarillento. Presenta alisado fino o pulido en la superficie y también decoración externa en rojo, negro y blanco. Se asocia a los estilos Nievería y Nievería Derivado (ver figura 5)

F: Es la versión reducida de la designada como E, por lo que presenta un color plomizo. No muestra decoración en la superficie, sólo un pulido brillante.

G: De textura semicompacta, color naranja claro con abundantes inclusiones pequeñas de cuarzo blanco, transparente y rosado, biotita y mica El tratamiento externo incluye un alisado fino, a veces con una capa delgada de engobe del mismo color que la cerámica. Al interior hay un alisado tosco con estrías, y cuando no hay tratamiento, la superficie interna se presenta suave al tacto. Se asocia al estilo Nievería. Se muestran algunos ejemplos en las figura 2, 3 y 4.

H: De textura semicompacta con abundantes inclusiones pequeñas de cuarzo blanco, cuarzo transparente, biotita y mica dorada. El tratamiento externo presenta bruñido y el interno alisado tosco. No presenta decoración en la superficie y se asocia al estilo Lima Tardío.

I: Cerámica de color blanco, semiporoso con abundantes inclusiones pequeñas de cuarzo blanco, cuarzo transparente, biotita negra y mica dorada. El tratamiento externo presenta engobe blanco y decoración pintada en negro. Se asocia al estilo Chancay Negro sobre Blanco.

Los ceramios fueron identificados basándose sólo en la observación directa y macroscópica, diferenciándolas por el color, grado de compactación y la cantidad y naturaleza de las inclusiones. Sin embargo, se observó que era necesario efectuar un análisis más minucioso de dichas pastas para poder identificarlas con mayor precisión. En ese sentido, creemos que dicho análisis que sólo puede hacerse con métodos físicos para determinar la naturaleza de las arcillas, los tipos de inclusiones, las técnicas de cocción, etc.



Figura 2. Cerámica G1.



Figura 3. Cerámica G2.

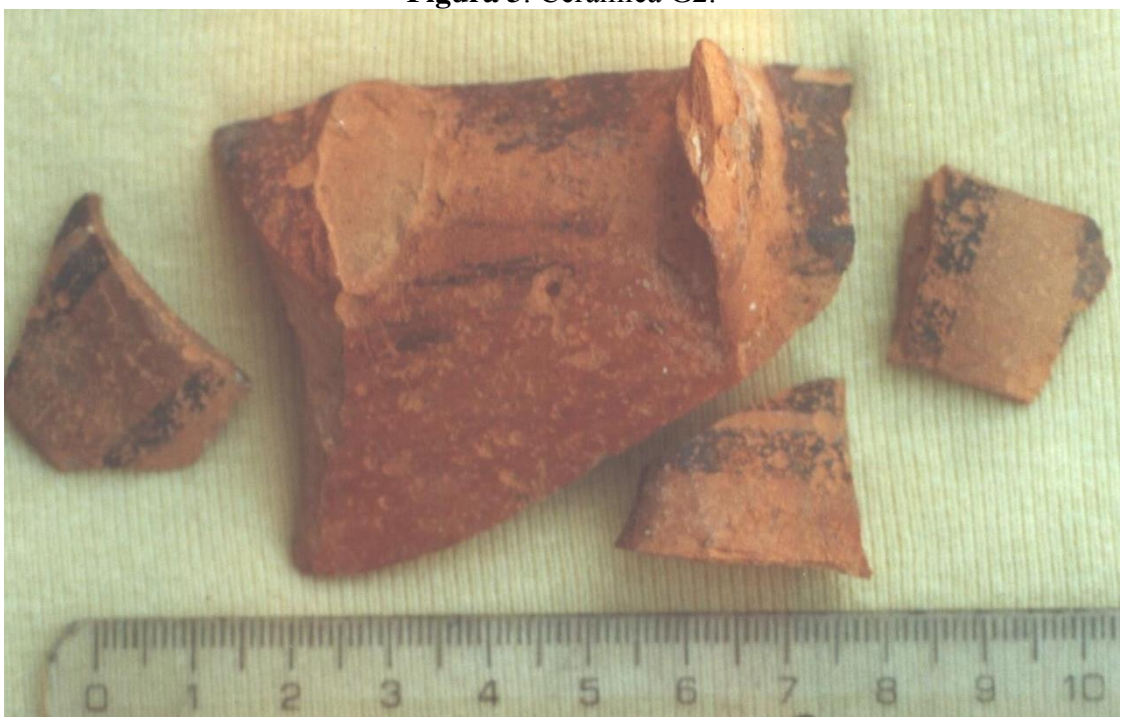


Figura 4. Cerámica G5 a analizarse posteriormente.



Figura 5. Cerámica E a analizarse posteriormente

CERAMICA WARI

La cultura Wari (o Huari) se desarrolló en el departamento de Ayacucho, en la sierra sur del Perú, desde el año 500 hasta el 1000 de nuestra Era. Nació de la confluencia de las tradiciones culturales Nasca (costa sur), Tiahuanaco (altiplano peruano-boliviano) y Huarpa (tradiciones locales). Sus expresiones artísticas presentan similitud a las de su contemporánea Tiahuanaco, por lo que en un principio se le confundió como parte de dicha cultura. Entre los años 600 y 900 de nuestra Era se constituyó el imperio más vasto surgido en suelo peruano. Según algunos arqueólogos, siglos después, el imperio Incaico (Tahuantinsuyu) lo tomaría como modelo de estado expansionista.



Figura 6. Vaso con diseños policromos. El dibujo de la derecha se asemeja al distintivo usado actualmente por los sargentos de los ejércitos en gran parte del mundo y es característico de esta cultura.

PACHACAMAC

UBICACIÓN

Se halla ubicado 31 km al sur de Lima (Vía Libre), en la margen derecha del río y valle de Lurín – Pachacamac, en el extremo S.O. del "Tablazo de Lurín". La zona arqueológica abarca aproximadamente un perímetro de 500 Has. Tiene la disposición de una urbe ceremonial amurallada por sectores

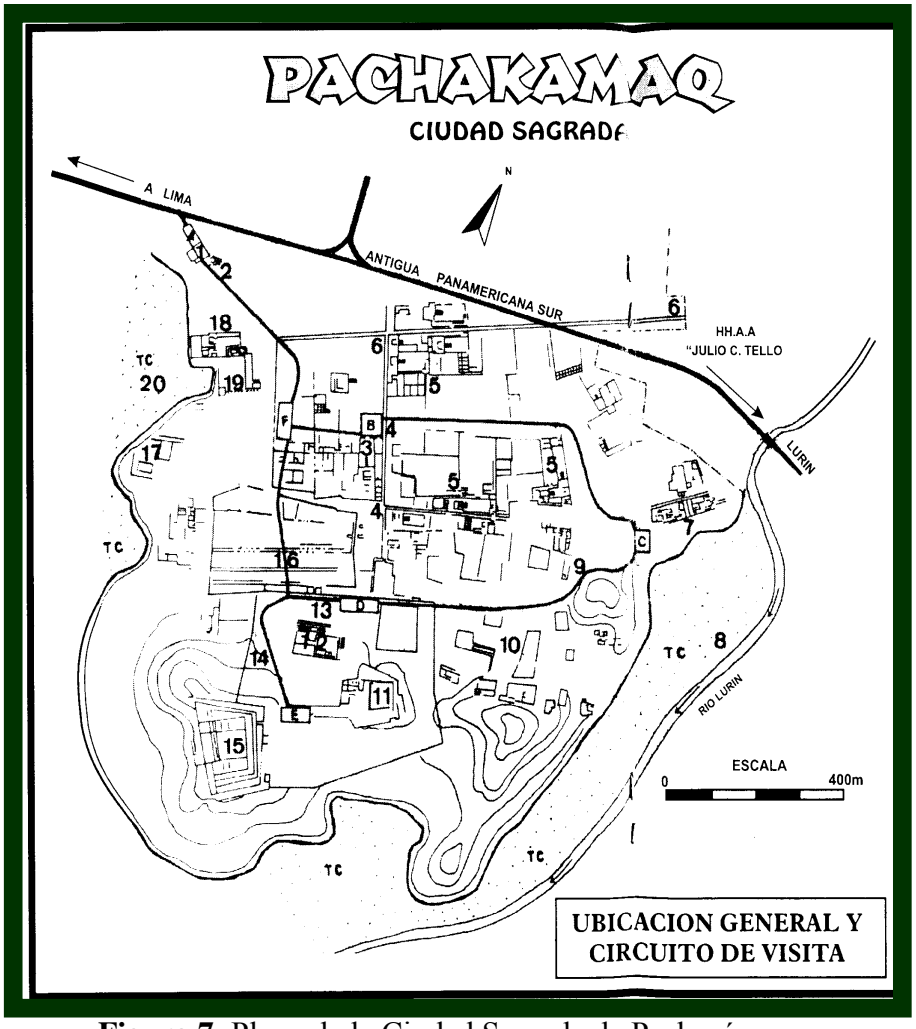


Figura 7: Plano de la Ciudad Sagrada de Pachacámac

IMPORTANCIA DE PACHACÁMAC

Se sabe que el nombre de tan enorme asentamiento urbano siempre fue el mismo del ente poderoso allí adorado: Pachacámac. Pero el valle en el cual se localizaba el conjunto en mención tenía por apelativo el vocablo "Ishma" (o Ishmay o Ishimay), con jurisdicción hasta el valle del Rímac o Lima. En consecuencia, el gigantesco sitio, que comprendía todos los servicios para su normal y perfecto funcionamiento, fue rodeado de numerosas construcciones. La totalidad de su espacio la conformaba una auténtica ciudad santa, que sincrónicamente funcionaba como capital o cabecera del mencionado señorío o reino teocrático. De ahí que era sede de los jerarcas religiosos y también de sus hatuncuracas. Fue una ciudad amplia y majestuosa, en la que su poder y esplendor se reflejaba en sus templos y centenares de imágenes al dios Pachacámac, a la par de sus imponentes e infinitos tesoros acumulados por sus sacerdotes que, por igual, se dedicaban al intercambio de productos en un circuito asaz dilatado. En fin, Pachacamac fue una urbe grandiosa que atraía peregrinos de la totalidad del mundo andino.

Cerámica encontrada en el santuario de Pachacámac

En el Santuario de Pachacamac encontramos cerámica perteneciente a los diversos ocupantes del sitio a través del tiempo. Los estilos más representativos y saltantes son los pertenecientes a la cultura Lima, la influencia Wari, la cultura Ischma y la presencia Inca.

Cerámica Wari (800 d.c. - 900 d.c.)

La influencia de la cultura Wari llegó a Pachacámac dejando claras huellas en la cerámica. Esta cerámica está representada por una serie de estilos que representan y copian los dibujos y decoraciones de la cerámica Wari, aun después de la influencia de esta cultura en la región.



Figura 8.Cerámica encontrada en el Santuario de Pachacamac



Figura 9. Cerámica P1 a analizarse posteriormente.

CAPITULO I

1. 1 DIFRACTOMETRIA DE RAYOS X

Los rayos X son radiación electromagnética, los cuales surgen de fenómenos extra nucleares, a nivel de la órbita electrónica. Los rayos X son producto de la desaceleración rápida de electrones muy energéticos (del orden 1000eV) al chocar con un blanco metálico.

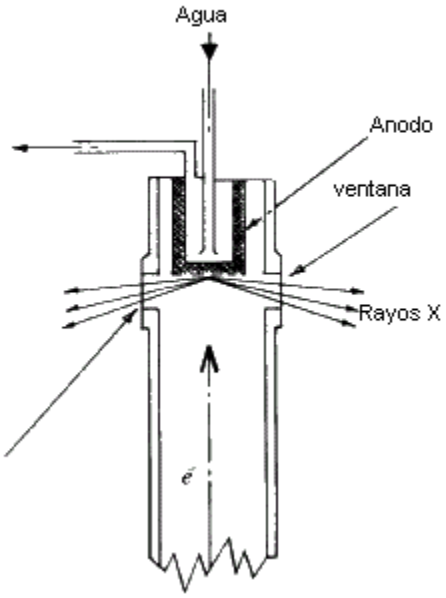


Figura 1.1

La figura 1.1 muestra esquemáticamente un tubo simple de rayos X al que se aplica un voltaje muy alto entre el cátodo y el ánodo. El tubo se encuentra a baja presión, alrededor de 1/1000 mm de Hg. La corriente fluye entre los dos electrodos y los electrones que la portan golpean el blanco metálico; esto origina la emisión de rayos X.

Los rayos X pueden ser absorbidos por los sólidos, este fenómeno puede ser descrito por una ecuación muy simple. La intensidad observada I, está dada por

$I = Io \exp(-\mu.t)$, donde μ es un coeficiente de absorción lineal y t es la longitud de la trayectoria a través de la cual se mueven los rayos X. El valor de este coeficiente absorción para un mismo λ se incrementa conforme aumenta el número atómico del elemento en cuestión.

Cuando un frente de onda de rayos X golpea un átomo, los electrones en ese átomo interactúan con los rayos X e inmediatamente re-emiten la radiación X, normalmente sin cambio en la longitud de onda, y la radiación X que es emitida por el átomo es emitida como un frente de onda esférico (Fig. 1.2).

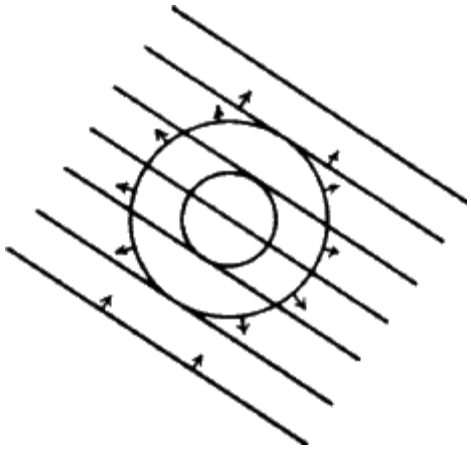


Figura 1.2 Radiación X que es emitida por el átomo como un frente de onda esférico.

Para una red tridimensional de átomos irradiada con radiación X, ocurre la llamada interferencia constructiva fuerte; en direcciones y para condiciones específicas de incidencia. Es decir, no se observará interferencia constructiva a menos que uno se coloque en el lugar correcto en el espacio. Este tipo de construcción fue descrito por Laue alrededor de 1912. Bragg (en 1913) vio que las condiciones para la interferencia constructiva de los rayos X eran equivalentes a aquellas para un plano simple reflejando radiación X, con la condición de que el plano pudiera ser descrito por una tripleta de índices de Miller. Se

puede tomar cualquier plano (*hkl*) en nuestro cristal y sin considerar los espaciamientos entre los átomos o puntos de la red, sino los espaciamientos entre los planos.

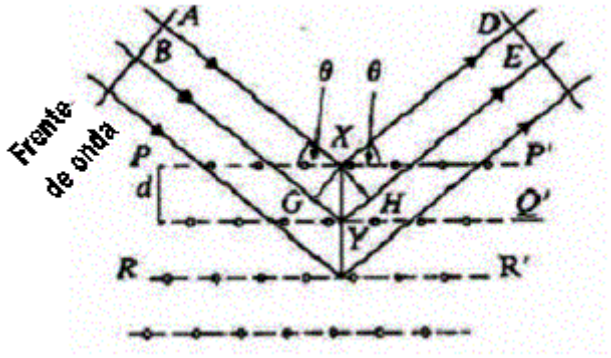


Figura 1.3 Deducción de la Ley de Bragg.

La condición de "reflexión" por una red cristalina se formula así:

Diferencia de trayectorias =GY +YH = 2d sen θ = nλ.

En la Fig. 1.3 la radiación X incidente golpea el plano (*hkl*) a un ángulo θ.El espaciamiento entre estos planos es *d*. Los rayos X se reflejan exactamente en la misma forma que la luz es reflejada desde un espejo, de tal forma que los haces reflejados dejan el plano a un ángulo θ. El requisito para que haya interferencia constructiva es muy simple: que la diferencia de trayectorias entre los haces que entran y salen debe ser un número entero de longitudes de onda. La diferencia de trayectorias es *2 x d x sen θ* y el resultado final es *nλ = 2d sen θ*. Esto se conoce como la Ley de Bragg y es de considerable importancia en la cristalografía de rayos X.

La combinación de diferentes espaciamientos *d* y de diferentes intensidades es característica de cualquier material cristalino. De la misma manera, el patrón observado de espaciamientos e intensidades de las reflexiones, se usa como una forma de identificar un

compuesto desconocido en una fase cristalina específica; este es tan característico como la huella digital de una persona.

1.2 ESPECTROSCOPIA MÖSSBAUER: TEORIA E INTERACCIONES HIPERFINAS

"Espectroscopia Mössbauer" es el nombre dado al efecto de la absorción nuclear resonante de la radiación emitida por el núcleo. El proceso nuclear producido por este efecto fue observado por primera vez por Rudolf L. Mössbauer en 1958 (Mössbauer, 1958). Este trabajo abrió un importante campo para la investigación a la investigación físico – química que, a nivel práctico, se ha introducido en el nacimiento de la técnica espectroscópica de amplia aplicación a los más diversos problemas de la metalurgia, geoquímica y biofísica.

La base del efecto Mössbauer es la emisión de rayos γ por el núcleo radioactivo, y la subsiguiente absorción de estos rayos γ por otro núcleo del mismo tipo. Esta emisión nuclear y absorción de energía son ligeramente afectadas por el sólido en el cual el núcleo está incorporado. Usando el efecto Mössbauer, este pequeño cambio de energía puede ser medido, y de esta manera sirve para deducir la información sobre el ambiente del núcleo.

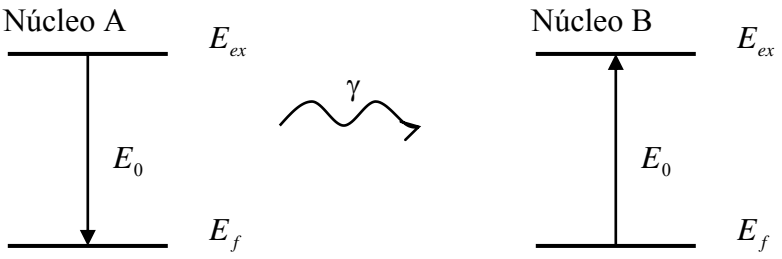


Figura 1.4. Se muestra un esquema, donde está dibujado el decaimiento nuclear y el proceso de excitación

Lo más destacable del efecto Mössbauer es la producción de radiación electromagnética monocromática con un espectro energético definido muy estrecho, de forma que el ancho natural de línea (Γ=4,6x10^{-9} eV) para la transición de 14,4 keV del ^{57}Fe el cual permite medir diferencias energéticas muy pequeñas.

Aplicación de la espectroscopia Mössbauer al estudio de la cerámica

La aplicación de la espectroscopia Mössbauer al estudio de la cerámica está basada en los siguientes resultados, concernientes a los diferentes estados del Fe en los minerales arcillosos:

Hematita, α-$Fe_2 0_3$.- Tiene una superestructura de oxígenos en configuración hexagonal compacta, en la que el Fe^{3+} ocupa los sitios con coordinación octaédrica, la cual puede ser visualizada en unidades de paquetes cerrados de oxígenos Fe – O_3 (tripletes). La figura 1.5 muestra el espectro de hematita a TA.

Debido a que la hematita es isoestructural con corumdum (α Al_2O_3); el Al (III) puede ser sustituida fácilmente por Fe (III) en un 15% aproximadamente tanto en hematitas sintéticas como naturales. El siguiente esquema describe el comportamiento magnético de la hematita:

1.- Paramagnética sobre la temperatura de Curie (TC) ≈ 955 K para el volumen interior de α Fe_2O_3 puro.

2.- Débilmente ferromagnética (*df*) entre TC y la transición de Morin (T_M), a T_M ≈ 260 K para el volumen interior de la hematita pura (Fe_2O_3).

3.- Genuinamente antiferromagnética (*af*) debajo de la transición de Morin.

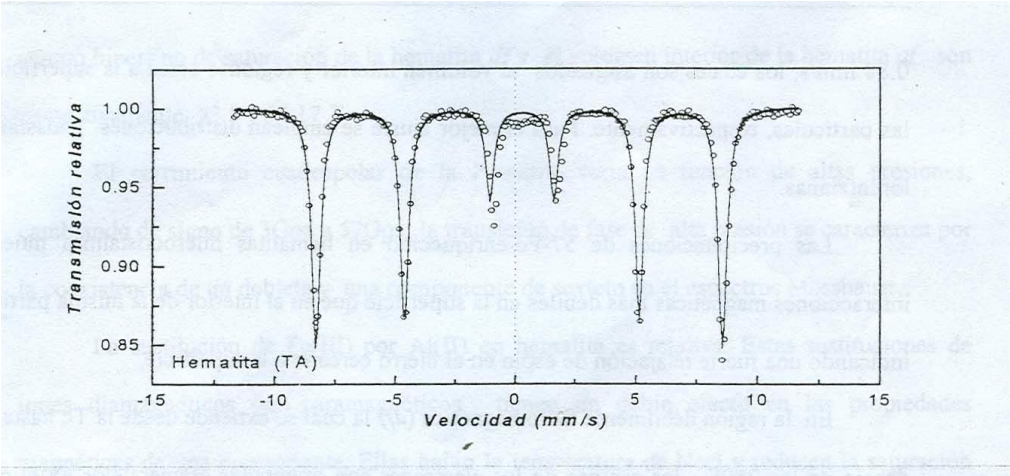


Figura 1.5 Espectro Mössbauer de la hematita (α-Fe_20_3) a temperatura ambiente.

Los espectros Mössbauer de la hematita paramagnética tomadas sobre la TC, consisten de un doblete ligeramente resuelto. Valores promedios publicados del desdoblamiento cuadrupolar de la hematita paramagnética son de 0,46 mm/s. La relajación superparamagnética, SPM, origina que el desdoblamiento magnético hiperfino colapse a temperatura ambiente para hematitas de tamaño promedio de 8 nm. El espectro Mössbauer de la hematita paramagnética consiste en un doblete; su desdoblamiento cuadrupolar puede incrementarse hasta aprox. 1nm/s, con el decrecimiento del tamaño de la partícula.

Magnetita, α-Fe_20_3.- Su configuración es cristalina cúbica y de estructura espinel inverso; esto es 1/3 del hierro como Fe^{3+} ocupa todos los sitios tetraedrales (sitios A), un tercio de hierro como Fe^{3+} ocupa la mitad de los sitios octaedrales (sitios B) y un tercio de hierro como Fe^{2+} ocupa el resto de los sitios octaedrales (B). La forma estructural de la magnetita puede escribirse así:

$$Fe(III)^{IV}\,[Fe(II)\;\; Fe(III)]^{vi}\,O_4$$

A temperatura ambiente el espectro Mössbauer de la magnetita presenta dos componentes magnéticos, uno para cada sitio A y B, como se muestra en la figura 1.6. El

sexteto de campo magnético mayor corresponde al sitio A (tetraedral) y el del campo menor corresponde al sitio B (octaedral). Las líneas de sitios B son notablemente más anchas que las líneas de los sitios A. Este fenómeno ha sido explicado como un efecto de *"salto de un electrón"*, es decir que los cationes de Fe^{2+} y Fe^{3+} en los sitios B octaedrales, intercambian electrones con frecuencia suficientemente rápida que afecta el ancho de línea, como resultado de la existencia de dos sitios B magnéticamente no equivalentes. Esto puede sugerir el ajuste del espectro con dos sextetos para la componente espectral del sitio B.

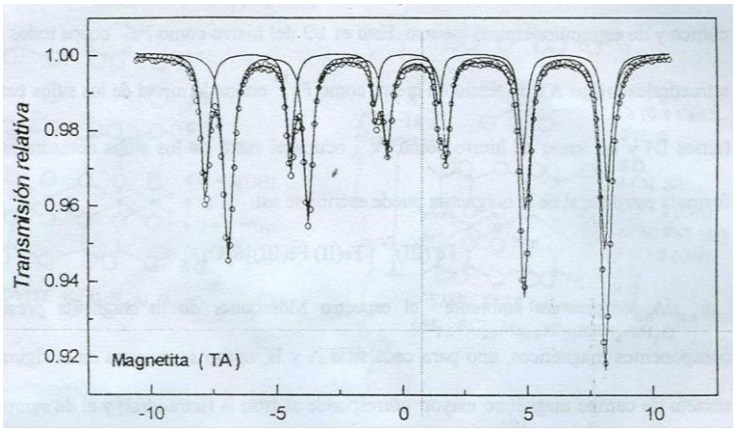


Figura 1.6 Espectro Mössbauer de la Magnetita (**Fe_3O_4**) a temperatura ambiente.

El espectro Mössbauer a temperatura ambiente de la magnetita contiene tres (03) componentes espectrales; uno para el Fe (III) en los sitios A, uno para Fe(II)/Fe(III) en los sitios B y otro para Fe (III) de exceso en los sitios B. El corrimiento cuadrupolar en todas las componentes se incrementa, reflejando una alta distorsión en los sitios, y esto indica la existencia en ambos sitios A y B.

La magnetita tiene una transición de cúbica a ortorrómbica (transición de Verwey - T_V) alrededor de los 118K, por arriba de T_V su estructura es [001].

Entre la temperatura de Curie y la transición de Verwey, el espectro Mössbauer consta de, por lo menos, dos componentes magnéticos (uno para cada sitios A y B).

Los parámetros hiperfinos para el sitio A concuerdan con el Fe (III) de alto espín en coordinación tetraédrica. Debajo de la transición de Verwey los parámetros para los sitios B muestran al núcleo de hierro se ve afectado por entornos inmediatos Fe(II) y Fe (III) indicando que la transferencia de carga sobre los sitios B será significativamente más rápida que la presesión de Larmor. Este fenómeno puede ser explicado como un efecto relajacional debido a la contribución de electrones de intercambio sobre los sitios B.

La influencia de la reducción de tamaño de partícula sobre el espectro Mössbauer de la magnetita es similar al que se da en otros minerales pobremente cristalizados y magnéticamente ordenados: cuando el tamaño de la partícula es pequeño los campos hiperfinos se reducen y las líneas resonantes se ven ensanchadas, eventualmente el orden magnético se rompe disminuyendo totalmente. La pobre cristalinidad y la incorporación de cationes externos, también afectan el intercambio de electrones sobre los sitios B, de modo que se altera la temperatura de Verwey.

Debajo de la transición de Verwey la imposibilidad del intercambio de electrones conduce a la localización de los electrones 3d; como resultado de esto las componentes individuales del espectro nos permiten inferir sobre cada Valencia y sitio cristalográfico.

En general, la magnetita de las arcillas proviene de las rocas madre y al ser relativamente estable a la meteoriorización, se presenta con buena cristalinidad. El valor de la magnetización de saturación está alrededor de $100JT^{-1}/kg^{-1}$.

α-FeooH.- Goetita se encuentra frecuentemente con los minerales arcillosos, pero no aparece nunca en la cerámica, pues se deshidrata durante el proceso de cocción. También da un espectro magnético a temperatura ambiente cuyos parámetros son muy diferentes a los de la hematita (ver tabla anexa) y, asimismo, presenta un comportamiento súper paramagnético para tamaños de partícula de 150 Å a temperatura ambiente, y 80 Å a 77K.

$Fe_{1-x}0$.- El FeO (wustita), aparece en la cerámica cocida en atmósfera reductora como producto de la reducción del Fe_20_3 por el C y/o CO, es el menos abundante en la naturaleza de los óxidos de hierro. Presenta siempre una deficiencia catiónica, con límite superior de $Fe_{0,94}0$, y la fase FeO es estable sólo a alta temperatura. Aunque la fase cristalográfica es cúbica, su simetría local es muy baja debido a las vacantes y a los cationes férricos.

El espectro Mössbauer muestra, aparentemente, un doblete de Fe^{2+} ligeramente asimétrico por el contenido Fe^{3+}. Diversos trabajos han propuesto interpretaciones complejas de intercambios electrónicos entre los iones Fe^{3+} y Fe^{2+}, basadas en considerar el doblete observado experimentalmente como originados por la superposición de dos dobletes.

Fe^{3+} paramagnético.-El Fe que sustituye al Al en sitios octaédricos tiene un comportamiento Mössbauer análogo al que representaría si se encontrase de gibsita – $Al(OH)_3$ -, pues las capas octaédricas de la caolinita son similares a las de gibsita. En este caso, el espectro Mössbauer es un doblete que no se transforma en sexteto a baja temperatura, por lo que resulta fácil distinguirlo de los de la hematita o goetita superparamagnáticas. El IS y el QS del Fe^{3+} paramagnético dependen del número de coordinación y de la simetría (14e). El Fe^{3+} en superficies silíceas tetraédricas o en complejos, muestra valores de QS mayores de los correspondientes a sitios octaédricos.

Fe^{2+}.- El Fe^{2+} se caracteriza por un IS y un QS mayores que los del Fe^{3+}. Asimismo, al igual que en el Fe^{3+}, tanto el IS como el QS, dependen de la simetría y del número de coordinación (14e). El QS del Fe^{2+} sexta coordinado es muy sensible a las variaciones en su sitio de simetría; así como un aumento en el grado de distorsión de su simetría octaédrica disminuye el QS.

Illita ($K\ xAl_2(Si_{6-x}Al_xO_{10}(OH)_2$), La illita es un mineral de arcilla de capas 2:1 con una composición parecida a la de la muscovita (ver figura 1.7), pero con menos potasio. Se puede observar que algunas illitas entremezcladas con capas de esméctica, vermiculita y clorita. Aunque la estructura básica es similar a la de la Montomorillonita la mayor parte de la sustitución isomorfa es Al^{3+} por Si^{4+} en la hoja tetraedral. El catión de enlace entre capas K^+, y debido a que éste se encuentra cerca al sitio de carga negativa, los enlaces son especialmente fuertes y no se observa expansión entre capas.

La EM ha demostrado la presencia de ambos hierros divalentes y trivalentes (fe^{2+} y Fe^{3+}) en los sitios octaedrales de la illita , donde ellos sustituyen al aluminio. Considerables variaciones de las proporciones de Fe(II)/Fe(III) asociados. Como ocurre en el caso de la caolinita, tales óxidos de hierro pueden ser removidos por tratamientos químicos, o alternativamente se pueden tomar espectros a bajas temperaturas.

Un problema mayor cuando se usa la técnica mencionada es que cuando los óxidos de hierro coexisten con los minerales arcillosos podrían ser superparamagnéticos hasta muy bajas temperaturas. Así los espectros Mössbauer de illitas tomados a 4.2 K deben ser interrumpidas con mucho cuidado.

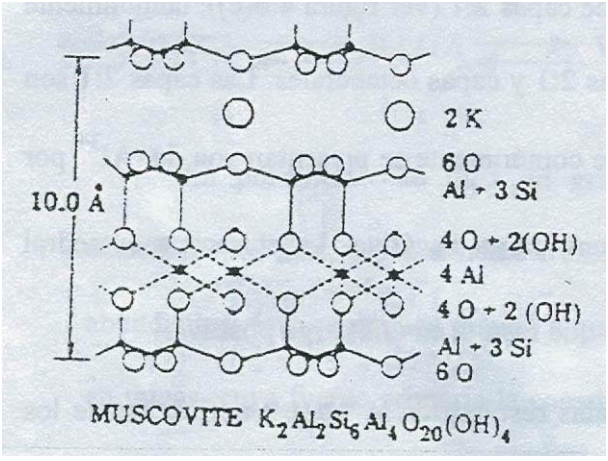


Figura 1.7 Diagrama de la moscovita

La illita de los suelos cristaliza en el sistema monoclínico, con estructura de una capa unitaria integrada por una hoja de octaedros de alúmina en medio de dos hojas de tetraedros de sílice cuyos vértices apuntan en la misma dirección; la celda unitaria es la misma que la Montomorillonita, excepto que algunos silicios están reemplazados por aluminio y que la deficiencia de carga está balanceada por iones K^+. Las illitas se clasifican en dioctaédricas y trioctaédricas respectivamente. En general, se considera que el grupo de las illitas trioctaédricas es mas soluble que el grupo de las illitas di octaédricas. La estructura de la illita de los suelos tiene mucha semejanza con la mica verdadera, asimilándose la muscovita. La alteración de la mica en los suelos determina una difusión (intercambio) de K, desde los espacios entre las capas unitarias hacia la solución de suelo. El potasio difundido deriva a potasio de cambio y como tal lo usan las raíces de las plantas. Se considera que como el potasio de las micas está sometido a disminución por el equilibrio químico con la solución de los suelos, debe producirse en los suelos un proceso de transformación del tipo:

Mica $\rightleftharpoons$ Illita $\rightleftharpoons$ Vermiculita $\rightleftharpoons$ Montmorillonita

La presencia de illita en grandes cantidades en los sedimiemtos oceánicos fue estudiado por Zen, especialmente frente a las costas de Chile y Perú. Sin duda son las más abundantes; esto se explica debido a que los muchos materiales progenitores son abundantes en micas, cuya fuente primaria la constituyen las rocas ígneas. Es claro que bajo condiciones en que los cationes tienden a ser retenidos por el suelo, se estimula la formación pedogénica de Montomorillonita e illita, pero si el medio se empobrece en cationes K, Mg o Ca, por efectos de un lavado intenso y acelerado, habrá tendencia a que se formen caolines. Sin embargo, no puede tomarse un esquema de validez general para todos

los suelos, ya que el desarrollo de los minerales de arcilla está fuertemente influenciado por las condiciones particulares del desarrollo de los suelos.

Muscovita, K $Al_2(Si_6Al_4O_{20}(OH))$ La muscovita es un antecesor a la formación de arcillas de illitas. La figura 1.7 muestra un esquema de la muscovita.

Tabla 1.1 Aplicación de la espectroscopia Mössbauer al estudio de la cerámica

Compuesto o posición del Fe	**Espectro a T ambiente**				**Espectro a T del N_2 líquido**			
	picos	**H_{ef} (KG)**	**QS (mm/s)**	**IS (Fe) mm/s**	**picos**	**H_{ef} (KG)**	**QS (mm/s)**	**IS (Fe) mm/s**
α-Fe_20_3 Hematita	6 finos	515	-0,17	0,42	6 finos	533	0,39	0,56
Hematita Súper paramagnética 30 Å <d<80 Å	2 antisimétricos anchos	0	0,55	0,35	6	533	0,39	0,56
A-FeooH goetita	6 anchos	280 a 390	-0,30	0,40	6	500	0,33	0,45
Goetita Súper paramagnética 80 Å <d<150 Å	2 antisimétricos anchos	0	0,60	0,40	6	500	0,33	0,45
$Fe_{0,93}0$	6 (2 sextetos)	467 492	0,03 0,06	0,24 0,71	-	-	-	
Magnetita	2 anchos	0	0,45-0,60	0,30-0,40	6 (2 sextetos)	480 503	0,95 -0,05	0,71 0,037
Fe^{3+} Sitios octaédricos (caolinita)	2 anchos	0	0,45-0,60	0,30-0,40	2	0	0,45	0,45
Fe^{3+} Sitios tetraédricos (caolinita o complejos)	2 anchos	0	0,60-0,90	≈0	2	-	-	-
Fe^{2+}	2 anchos	0	>1,5	0,70-1,30	-	-	-	-

1.3 Microscopia Electrónica de Barrido

Un microscopio electrónico de barrido acoplado a un analizador de rayos X por dispersión de energía es un sistema analítico diseñado para la visualización y análisis de muestras microscópicas o de las características microscópicas de las muestras.

La preparación de muestras es, en general, sencilla. Los requisitos indispensables que deben cumplir son ausencia de líquidos, es decir, la muestra tiene que estar seca y además debe ser conductora de la corriente eléctrica. Este último requisito se cumple en los metales, pero no así en otro tipo de materiales, por lo que para hacer a la muestra conductora se la recubre de una capa de algún material conductor (como el carbón o el oro). Este recubrimiento ha de ser suficientemente grueso como para que circule la corriente eléctrica que se deposita en la muestra y suficientemente delgado para que no enmascare o tape las características superficiales de interés.

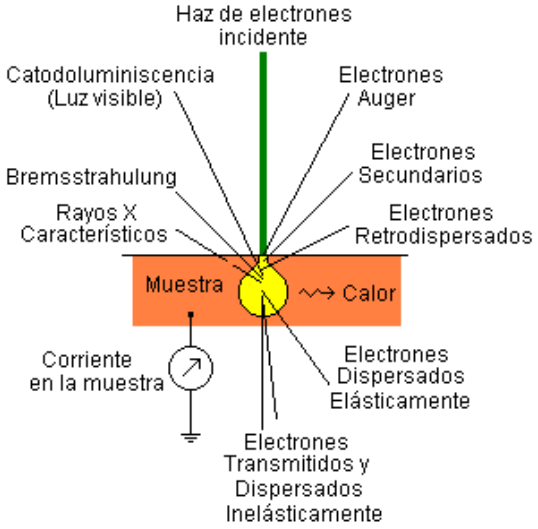


Figura 1.8 Señales que se utilizan en diferentes técnicas de MEB

Esencialmente, la técnica consiste en hacer incidir en la muestra un haz de electrones. Este bombardeo de electrones provoca la aparición de diferentes señales que, captadas con detectores adecuados, nos proporcionan información acerca de la naturaleza de la muestra.

En el gráfico 1.8 se observan algunas de las señales que se utilizan en diferentes técnicas. No suele ser habitual que un mismo microscopio esté equipado con los detectores necesarios para utilizar todas estas señales. En nuestro caso, el equipo dispone de los tres detectores más comunes, que son el de electrones secundarios, el de retrodispersados y el de rayos X.

Interacción del haz de electrones con la materia

Cuando un haz de electrones e, de suficiente energía, interacciona con la materia se producen diferentes señales que recogidas con detectores adecuados nos proporcionan información acerca de la zona de interacción de dicho haz con los átomos de dicha materia.

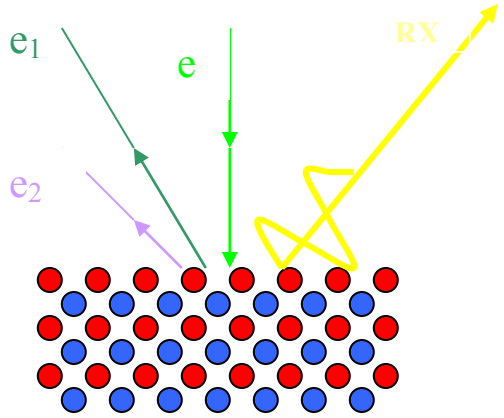


Figura 1.9 Bombardeo de un haz de electrones

En el gráfico adjunto podemos observar el bombardeo de un haz de electrones e sobre una muestra representada por una red de dos tipos de átomos (rojos y azules), y tres señales: e_1, e_2 y RX. Se producen también otras señales. No obstante, aquí solo describiremos estas tres:

e_1 son los electrones del haz primario e que rebotan en la muestra. Nos proporcionan información acerca del número atómico medio de la zona bombardeada. Se denominan electrones retrodispersados.

e_2 son los electrones arrancados a los átomos de la muestra por la acción del bombardeo de electrones del haz primario. Nos proporcionan información acerca de la topografía superficial. Es la señal con la que comúnmente obtenemos una imagen de la muestra. Se denominan electrones secundarios.

RX son los rayos X característicos del átomo que los ha emitido. Nos proporcionan información química elemental de la zona de la muestra de la que proceden.

El proceso físico mediante el cual se produce las tres señales anteriores, en un átomo de la muestra, es el siguiente:

Un electrón 1 del haz primario choca con un electrón 2 de una capa interna del átomo y expulsa a éste de dicho átomo ver figura 1.9 (b). El átomo queda entonces en un estado excitado ya que el electrón 2 deja una vacante en el nivel energético del que procede.

El átomo, para volver a su estado fundamental, de mínima energía, desplaza un electrón 3 de un orbital más energético a la vacancia dejada por el electrón 2. Para que tenga lugar este proceso, el electrón 3 se tiene que liberar de una cierta cantidad de energía, igual a la diferencia de los dos niveles energéticos involucrados en el proceso. Esta energía la libera en forma de rayos X (RX) como se observa en la figura 1.10(c).

La vacancia dejada por el electrón 3 será posteriormente ocupada por otro electrón de otro nivel más energético, produciéndose otro fotón de RX, y así sucesivamente.

El electrón 2 arrancado del átomo es lo que se denomina electrón secundario y el electrón 1 que procede del haz primario, un electrón retrodispersado.

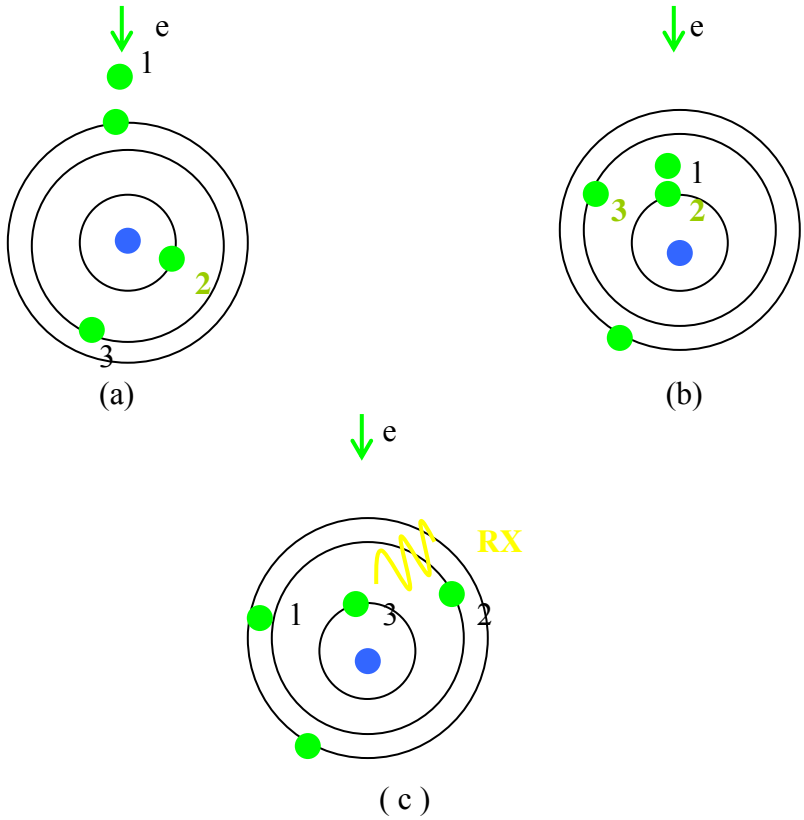


Figura 1.10 Producción de rayos X
(a) Posición inicial(b) Haz primario chocando con el electrón 2(c) El átomo queda en estado excitado, el electron 3 se desplaza a la vacancia dejada por el electron 2 y libera energía en forma de rayos X.

Electrones secundarios

Se emplea esta señal normalmente para obtener una imagen de la muestra, pues nos proporciona una imagen real de la superficie que estemos estudiando.

No es posible distinguir la procedencia de los electrones si pertenecen al propio material o proceden del haz de electrones primarios y han sido retrodispersados por la muestra. Como es imposible distinguirlos, se considera un electrón secundario aquel que emerge de la superficie de la muestra con una energía inferior a 50 eV, y un electrón retrodispersado el que lo hace con una energía mayor.

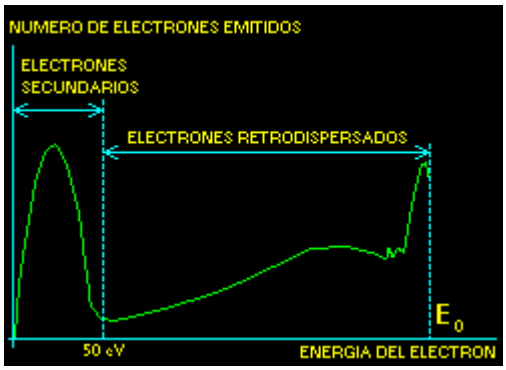


Figura 1.11 Espectro de emisión de electrones de una muestra al ser excitada por el bombardeo de un haz primario de energía E_O

El gráfico adjunto corresponde al espectro de emisión de electrones de una muestra al ser excitada por el bombardeo de un haz primario de energía E_O. El eje vertical es la cantidad de electrones emitidos y el horizontal la energía de estos electrones detectados que puede llegar hasta la energía del haz incidente en los electrones retrodispersados elásticamente (es decir, que no han perdido energía en su interacción con la muestra).

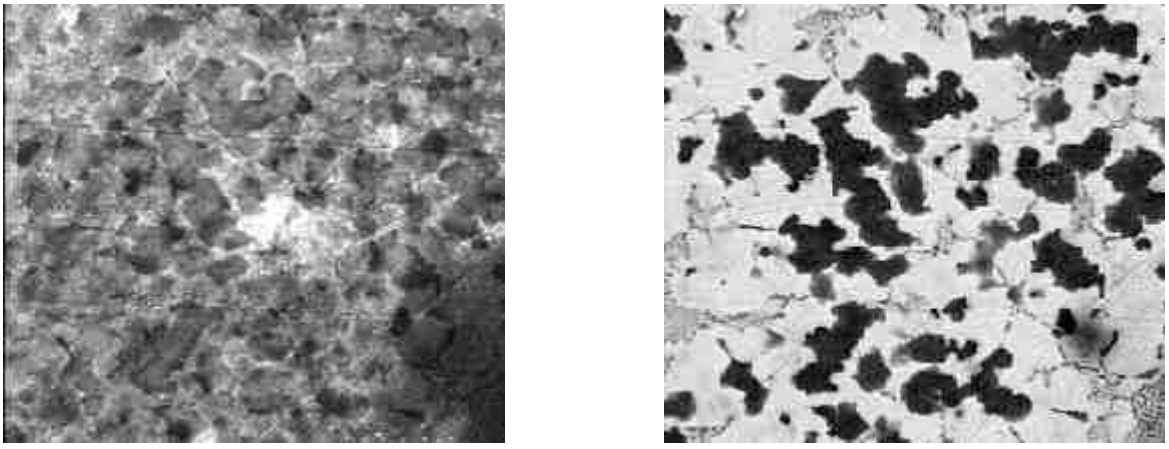
La señal de secundarios procede de la misma superficie y de una pequeñísima zona por debajo de ella, entorno a unos pocos nanómetros, pues debido a la baja energía de los secundarios, en su viaje hacia el exterior de la muestra van perdiendo energía por diferentes interacciones, de forma que solo los que están muy próximos a la superficie tienen alguna probabilidad de escapar del material y así llegar al detector.

Electrones retrodispersados

La señal de electrones retrodispersados está compuesta por aquellos electrones que emergen de la muestra con una energía superior a 50 eV(electronvoltios). Estos electrones proceden en su mayoría del haz incidente que rebota en el material después de diferentes interacciones. Por supuesto, al igual que en el caso de la señal de electrones secundarios, es imposible saber si un electrón procede de la propia muestra o del haz de electrones

incidente. No obstante, debido a que en las interacciones electrón-electrón la transferencia de energía es pequeña, es adecuado convenir que los electrones retrodispersados son aquellos de energía superiores a 50 eV.

La profundidad, con respecto a la superficie de la muestra, de la que proceden los retrodispersados es sensiblemente mayor que la de electrones secundarios. Esta profundidad viene a ser alrededor de 0,3 veces la profundidad de penetración del haz incidente, que depende de la energía del haz y del número atómico (Z) medio de la zona de interacción. Esta profundidad puede ser del orden de centenas de nanómetros. Es decir, la señal de retrodispersados no solo procede de las inmediaciones de la superficie sino también de bastantes capas atómicas por debajo de ella.



(a) (b)

Figura 1.12
(a)Imagen de electrones secundarios (b) Imagen de electrones retrodispersados

La intensidad de la señal de los electrones retrodispersados, para una energía dada del haz, depende del número atómico del material (a mayor número atómico mayor intensidad). Este hecho permite distinguir fases de un material de diferente composición

química. Las zonas con menor Z se verán más oscuras que las zonas que tienen mayor número atómico. Esta es la aplicación principal de la señal de retrodispersados.

Microanálisis de rayos X por dispersión de energías

El microanálisis es el análisis de muestras muy pequeñas o de características muy pequeñas de las muestras por medio de cualquier técnica. Cuando sobre una muestra inciden electrones de energía apropiada se producen rayos X (RX), cuya energía y abundancia relativa dependen de su composición. Este fenómeno se usa para analizar el contenido elemental de micro volúmenes (en un rango general de una a cientos de micras cúbicas) y es lo que se conoce normalmente como microanálisis. Esta técnica es prácticamente no destructiva, en la mayoría de los casos, y la preparación de muestras es mínima. Existen dos tipos de microanálisis de RX**:**

- Por dispersión de longitudes de onda, en el que la emisión de RX se discrimina por la difracción de una serie de cristales analizadores. Tiene la ventaja de conseguirse unos límites de detección más bajos, pero la desventaja de tener que buscar elemento por elemento.
- Por dispersión de energías, en el que la emisión de RX se discrimina electrónicamente. Tiene la ventaja de obtenerse de manera simultánea todo el espectro de elementos, pero la desventaja de unos límites de detección más altos.

Rayos X característicos

Cuando un electrón es arrancado de una capa electrónica interna, por efecto de la interacción de un haz de electrones de alta energía, el resultado es un ion en un estado excitado. A causa de los procesos de relajación o desexcitación, el ion excitado cede

energía para volver a su estado normal o fundamental. El proceso más probable, en la mayoría de los casos, es una serie de transformaciones que tienen como resultado que un electrón de otra capa "caiga" a la vacancia de la capa interna. Cada caída está asociada a la pérdida de una determinada cantidad de energía que es la diferencia de energía entre los dos niveles electrónicos comprendidos en el proceso. Esta energía se pone de manifiesto en forma de rayos X, la energía de la radiación indica el elemento químico del que proviene, -de aquí el nombre de emisión característica- para nuestros propósitos RX característicos.

En la muestra, los RX recorren distancias mucho mayores que los electrones, ya que pueden originarse en zonas profundas donde el haz de electrones incidente termina difundiéndose. Consecuentemente, la señal de RX tiene poca resolución espacial comparada con las señales de electrones secundarios y de retrodispersados.

CAPITULO II. Parte experimental.

2.1 Preparación de las muestras

La metodología de trabajo consta de varias partes. En general, para la preparación de las muestras, se tuvo en cuenta lo siguiente:

- Ordenamiento de las muestras cerámicas en recipientes adecuados con una determinada codificación.
- Cada muestra es desgastada en la superficie aproximadamente 4mm, taladrándola con una piedra de esmeril, luego se retira la capa intermedia para el respectivo análisis
- A continuación se realiza el respectivo molido de los pedazos grandes mediante un mortero de ágata (para no introducir impurezas en nuestras muestras).
- El molido se tamiza con una malla de 270 mesh, para luego ser colocado en el porta muestra para el análisis respectivo.

2.2 Equipo de rayos x

2.2.1 El Equipo de rayos X

Se tomó el Difractograma de rayos X usando la radiación $K\alpha_1$ promedio del cobre ($\lambda_1 = 1.54184$), unos 100-150mg de la muestra reducida a polvo se introducen en un porta muestra que se coloca en el eje de la cámara cilíndrica de Rayos X. Con la finalidad de obtener la radiación monocromática que se hace incidir sobre la muestra, los Rayos X se coliman y filtran convenientemente. La muestra gira, con el objetivo de lograr diferentes orientaciones de sus planos reticulares respecto a los Rayos X difractados por la muestra utilizando un detector de radiación que se mueve alrededor de la muestra. La disposición

del difractómetro de Rayos X (en este caso el usado es el Miniflex) se ajusta al diagrama de bloques de la siguiente figura:

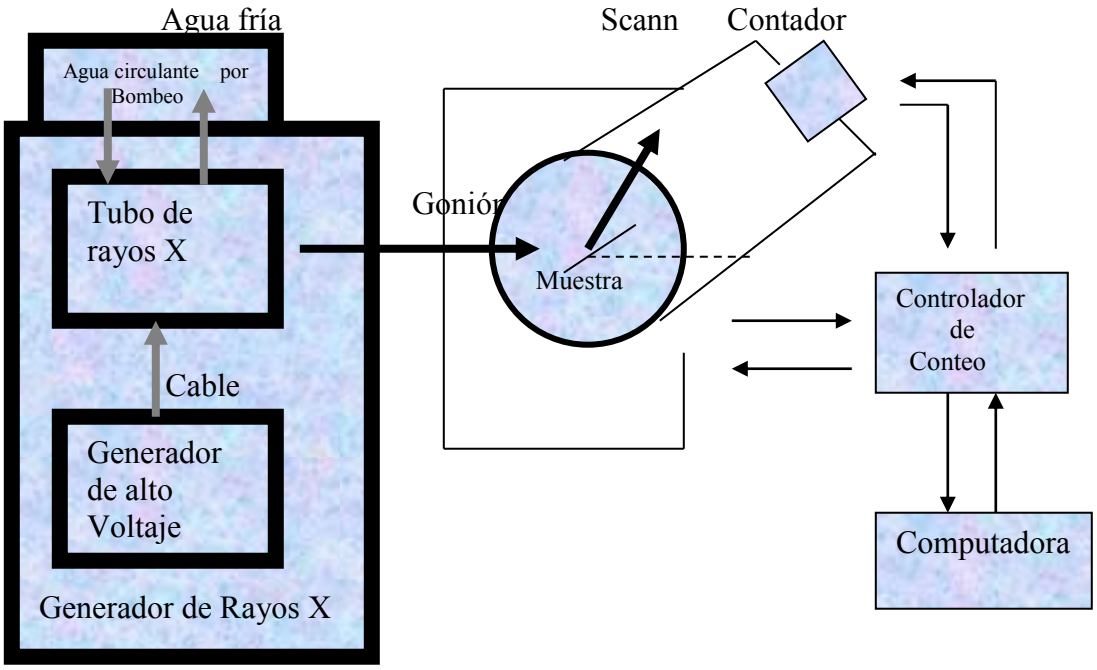


Figura 2.1

La disposición del difractómetro de rayos X, en este caso el usado es el equipo Miniflex con tubo de Cu con línea Kα (Figura 2.2)



Figura 2.2 Equipo Miniflex con tubo de Cu con línea kα

2.2.1 Identificación de fases mineralógicas

Se registra el patrón de polvos de una muestra; se miden los espaciamientos d (o los ángulos2θ) y las intensidades relativas de las 20 líneas más intensas, y estas son comparadas con los patrones de sustancias conocidas. El método usado es el denominado Hanawalt.

Este método tiene un archivo de valores d e I cercanos para identificar una sustancia conocida, una base de datos Joint Comité on Powder Diffraction Standards, el cual consiste de dos partes, el Powder Diffraction File (PDF) y el manual apropiado. Los archivos contienen números de tarjetas de datos.

Cada uno contiene una lista de distancias d, intensidades y otras propiedades y parámetros de la sustancia la cual se hace referencia.

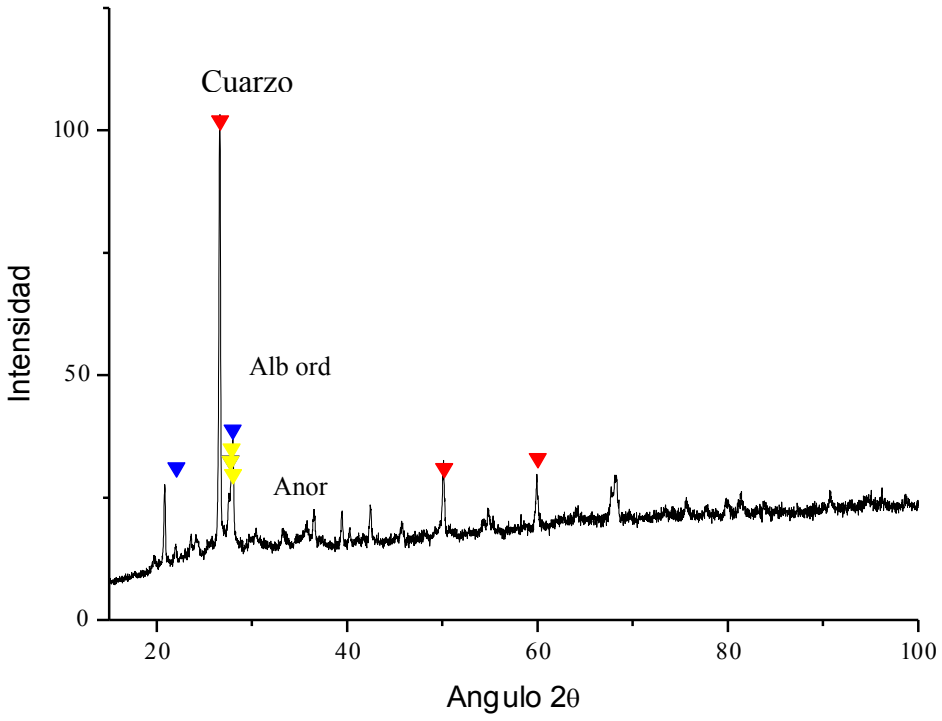


Figura 2.3 Gráfica del difractograma de la cerámica E.

Para efectuar un análisis cuantitativo de las concentraciones relativas de cada uno de los componentes en una mezcla de dos componentes pueden medirse las intensidades relativas de dos líneas fuertes que no se traslapen, una perteneciendo al componente A y la otra al componente B, en el patrón de polvos de la muestra.

En identificación para materiales complejos (por ejemplo, polvos de cementos, arenas y arcillas), el patrón de polvos será correspondientemente complejo; sin embargo, es característico del material. A pesar de que el patrón no puede ser analizado para cada uno de los componentes individuales, materiales similares siempre exhibirán patrones similares. La posible utilidad de diferentes arcillas como materias primas para cementos o la manufactura de ladrillo puede determinarse rápidamente comparando sus patrones de difracción con los correspondientes de una arcilla aceptable.

2.3 Equipo Mössbauer

2.3.1 El espectrómetro Mössbauer

Un espectrógrafo Mössbauer consta de dos partes principales: una fuente de radiación Mössbauer acoplada a un transductor de velocidad y un segundo sistema de detección y registro de la radiación gamma, que, en el modo más usual de operación, deberá estar sincronizado al movimiento de la fuente, a fin de proporcionar la medida de la absorción resonante (intensidad de radiación o número de cuentas) frente a velocidades Döppler (energías). De esta manera, la disposición usual de un espectrómetro Mössbauer se ajusta al diagrama de bloques que se muestra en la figura 2.4.

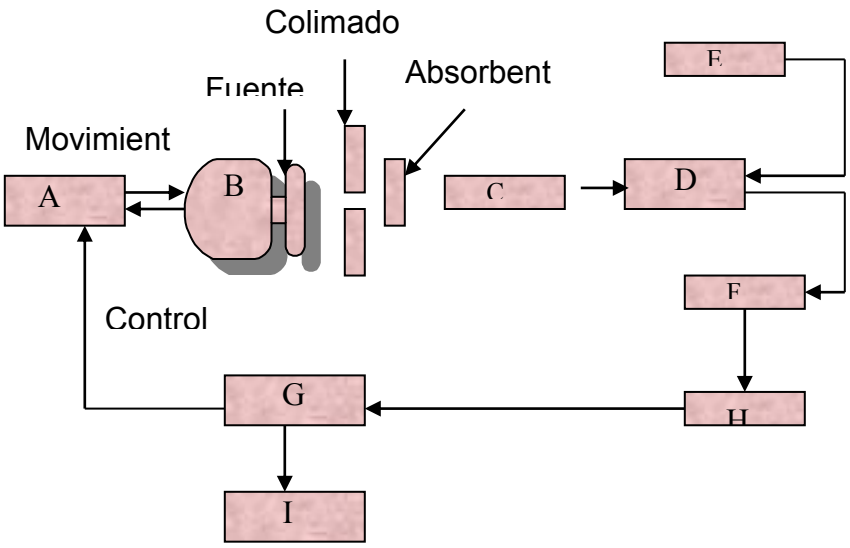


Figura 2.4 Diagrama de bloques de un espectrómetro Mössbauer.

Donde:

A: Generador de Ondas

B: Vibrador

C: Contador

D: Pre-amplificador

E: Fuente HV

F: Amplificador

G: Analizador Multicanal

H: Analizador monocanal

I: Salida de resultados



Figura 2.5 Equipo a temperatura ambiente Halder

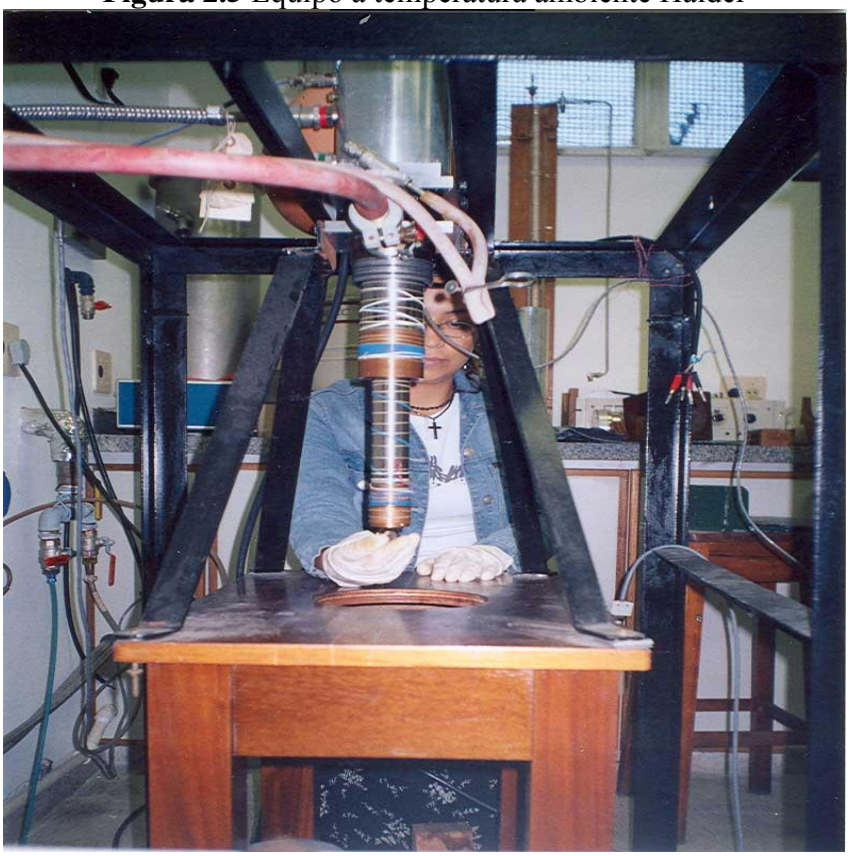


Figura 2.6 Equipo a bajas tempeturas Displex

2.3.2 Ajuste de espectros

En un espectro Mössbauer se registra el número de cuentas que se va acumulado en 512 ó 1024 canales. Estos contajes se alterarán por varias circunstancias, tales como la desviación estadística de las medidas de radiactividad, las diferencias en la distancia fuente radiactiva – detector (consecuencia del movimiento de la fuente) y el desplazamiento lateral de la fuente de la dirección de vibración. A estos factores se une el hecho de que, con frecuencia, las bandas de absorción se solapan y es necesario resolverlas para calcular las posiciones de las mismas y su área. Las razones expuestas hacen imprescindible el tratamiento de los datos experimentales en un ordenador

A continuación, se describe someramente el programa utilizado.

2.3.2.1 Registro gráfico de espectros

Es útil representar el espectro experimental de cada muestra, pues del registro gráfico se pueden extraer, aproximadamente, los valores correspondientes a las posiciones y a las áreas de los picos de absorción. Estos valores son necesarios para calcular, en primera aproximación, los parámetros Mössbauer y también para utilizarlos como entradas en el posterior ajuste mediante el ordenador.

2.3.2.2 Calibrado del Fe metálico

Para calcular la velocidad y el centro de los espectros se efectúan espectros de Fe metálico, cuyas bandas de absorción se ajustan a las teóricas por mínimos cuadrados. El Normos Mossbauer Fit Program (Version: 1996) usado en la Universidad Nacional Mayor de San Marcos, laboratorio de cristalografía, ajusta las posiciones en canales frente a las posiciones en mm/s y proporciona los valores de velocidad y centro del espectro con sus correspondientes desviaciones estándar.

2.3.2.3 Ajuste de espectros experimentales a una suma de curvas lorentzianas

Este programa, partiendo de unos datos aproximados de posición, anchura y área de los picos, intenta ajustar, por mínimos cuadrados mediante el método de regresión no lineal de Gauss, el espectro experimental a una suma de curvas Lorentzianas sobre una línea sinusoidal y oblicua.

La salida del programa, una vez obtenida la convergencia del programa correspondiente, es una tabla en la que se especifican: la posición, la anchura y área de cada uno de los picos con sus correspondientes desviaciones estándar como también un gráfico con las desviaciones estándar y una relación de los puntos que se desvían significativamente de la curva ajustada.

2.4 Microscopio Electrónico de Barrido y EDX

2.4.1 El Microscopio Electrónico de Barrido

La parte principal de un microscopio electrónico de barrido es la denominada columna de electrones, la cual lleva alojados en su interior los siguientes elementos:

- Un cañón de electrones con un filamento que actúa como emisor o fuente de iluminación, por analogía con un sistema óptico.

- Un sistema de lentes electromagnéticas encargado de focalizar y reducir a un diámetro muy pequeño el haz de electrones producido por el filamento.

- Un sistema de barrido que hace recorrer el haz de electrones ya focalizado por la superficie de la muestra.

- Uno o varios sistemas de detección que permiten captar el resultado de la interacción del haz de electrones con la muestra y transformarlo en una señal eléctrica.

- Una salida conectada a una o varias bombas que producen el vacío necesario para que el conjunto funcione adecuadamente.

Además, el microscopio posee diversos sistemas que permiten observar las señales eléctricas procedentes de los detectores, en forma de imágenes en un monitor de TV, fotografía, espectro de elementos, etc

En el gráfico 2.7 adjunto observamos cómo se produce el haz de electrones en el filamento. Este haz se dispersa a su entrada en la columna y las lentes electromagnéticas o lentes condensadoras son las encargadas de reducir su diámetro de las 5-50 μm (micra) que tiene en el punto de cruce a los 2-20 nm (manómetro) que se utilizan en la sonda que barre la muestra.

El sistema de barrido, alojado en la lente objetivo, hace moverse al haz un número determinado de líneas (por ejemplo 512) a lo largo de la superficie barrida, repitiéndose el proceso indefinidamente.

Por último, en el gráfico se han dibujado dos detectores. Uno, el de electrones secundarios, que son los electrones arrancados a la propia muestra por la acción del haz incidente. Con esta señal obtenemos en un monitor una imagen de la muestra, muy parecida a la visión del ojo humano debido a la gran profundidad de foco de esta señal. El otro detector, de rayos X, captura este tipo de señal, con la que obtenemos un espectro de elementos; es decir, un análisis químico elemental de la muestra. Estos dos tipos de señales también se explican con más detalle en el apartado Interacción del haz de electrones con la materia.

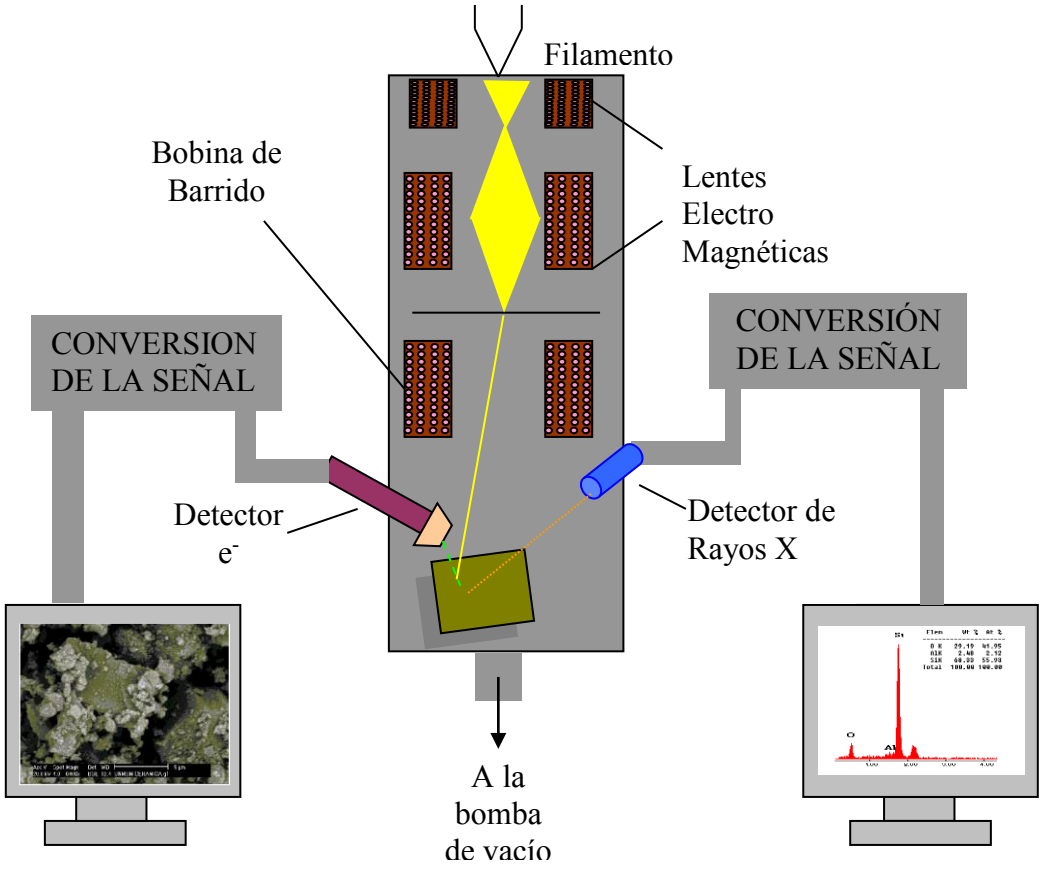


Figura 2.7 Sistema del MEB Y EDX

2.4.2 Preparación de muestras

Una de las grandes ventajas del Microscopio Electrónico de Barrido es el hecho de que la mayor parte de las muestras se puede examinar sin apenas preparación. El espesor de la muestra no es un inconveniente (como en el caso de la Microscopía por transmisión). De esta manera, se pueden examinar muestras masivas con la única limitación de su posible acoplamiento en la platina porta muestras.

Como norma general se puede decir que las muestras no deben contener líquidos y además su superficie debe ser conductora de la corriente eléctrica. Cada tipo de muestra y cada tipo de análisis que se realiza requiere un tratamiento específico; así, puede ser necesario el desengrasado, pulido de la muestra, ataque químico, etc. Aquí solo vamos a

explicar brevemente la técnica usada en nuestro caso con el fin de proporcionar una superficie conductora a la muestra.

Técnica de recubrimiento con oro

Como se ha comentado anteriormente, prácticamente todas las muestras no conductoras examinadas en un microscopio electrónico de barrido necesitan recubrirse con una película de un material conductor. Este recubrimiento es necesario para eliminar o reducir la carga eléctrica que se crea rápidamente en la superficie de una muestra no conductora cuando se barre con un haz de electrones de alta energía.

Cuando el propósito del análisis de una muestra no incluye la obtención de un espectro de RX, un elemento que se utiliza frecuentemente para recubrir la superficie es el oro.

El gráfico 2.8 muestra esquemáticamente lo que se conoce como "Sputtering". Consiste en una fuente de alimentación en corriente continua regulable de 1 a 3 KV conectada por una parte a una tarjeta de oro u oro-paladio y, por otra, parte al porta muestras. El conjunto va acoplado a una bomba de vacío. La introducción de un gas tal como el Argon en la campana de vacío provoca que los átomos de Argon impacten en la tarjeta de oro y se desprendan átomos de dicha tarjeta que son atraídos hacia la muestra en la cual quedan depositados proporcionando un espesor de recubrimiento que depende del tiempo de exposición

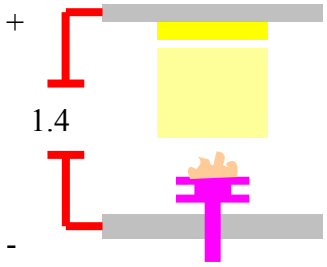


Figura 2.8. Recubrimiento con oro

CAPITULO III Resultados y discusión

3.1 Cerámica San Marcos estilo Wari

3.1.1 Análisis por rayos X

En las figuras 3.1 y 3.2 se presentan difractogramas de rayos X de la muestra tipo G en las que se detectaron las siguientes fases mineralógicas con sus respectivas tarjetas PDF:.Hematita (33-0664), Cuarzo (05-0490), Anorthita Sodio Ordenada (20-0528), Albita Ordenada (19-1184 y 20-0554), Plomo Lodide (73-1752), Albita (01-0739).

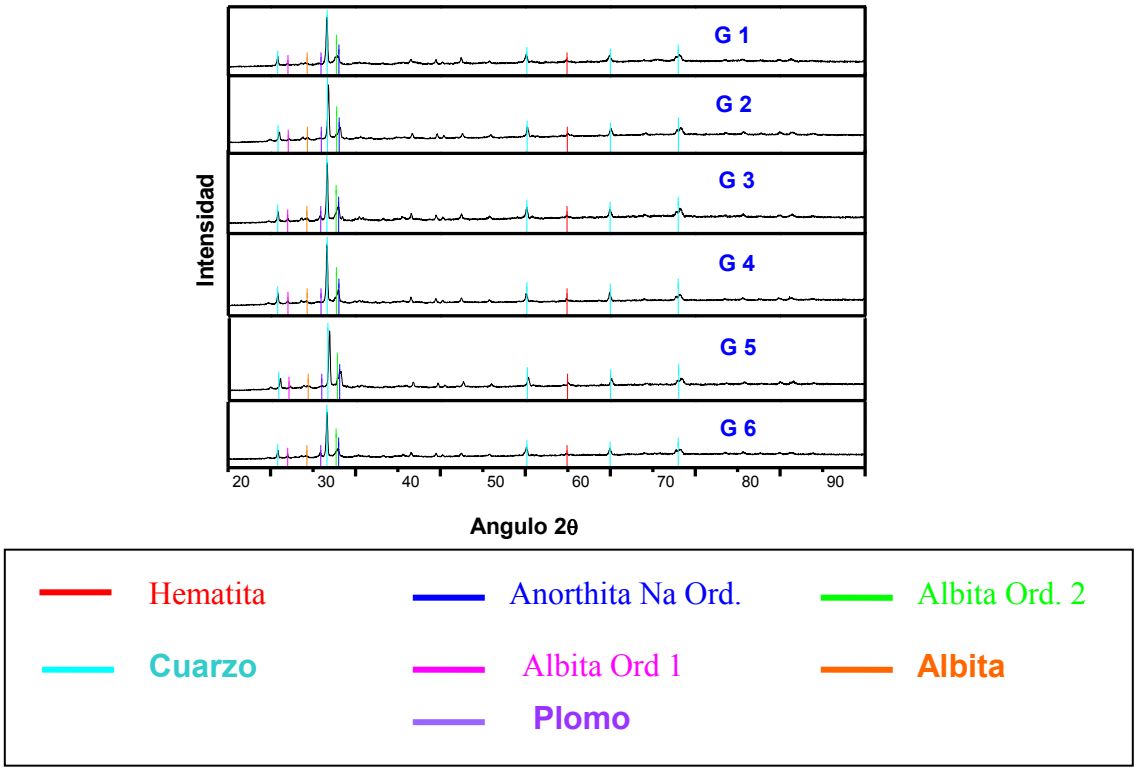


Figura 3.1. Difractograma de rayos X de las muestras cerámicas designadas como G enumeradas del 1 al 6.

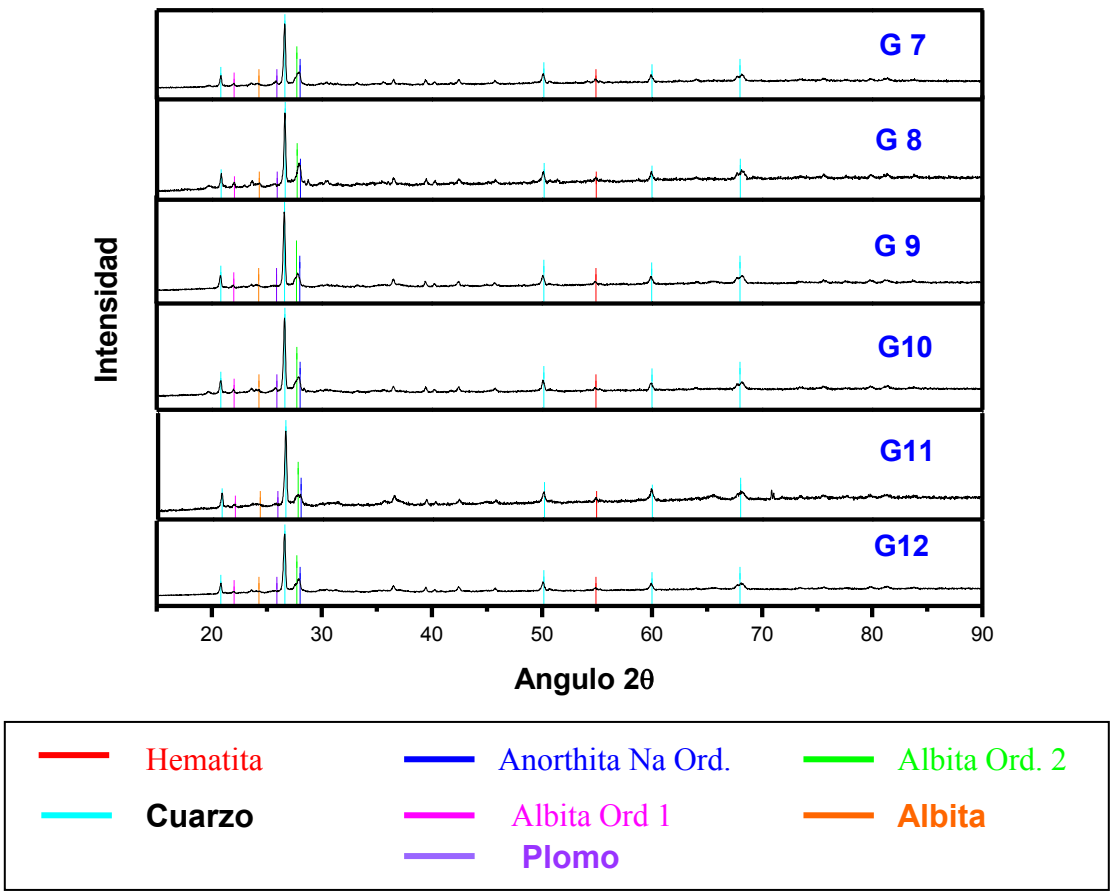


Figura 3.2. Difractograma de rayos X de las muestras cerámicas designadas como G enumeradas del 6 al 12.

3.1.2 Análisis por espectroscopia Mössbauer

Analizamos los espectros Mössbauer a temperatura ambiente de 6 muestras de la cerámica San Marcos estilo Pachacamac. Se presentaron dos (02) dobletes cuadrupolares típicos de Fe^{2+} y Fe^{3} en coordinación octaédrica, y un sexteto correspondiente a la Hematita.

Las figuras 3.4 y 3.5 muestran el espectro experimental con las líneas de absorción ajustadas, estos espectros fueron tomados a alta velocidad aproximadamente a 10.4 mm/s. La tabla 3.2 recoge los parámetros hiperfinos Mössbauer, calculando luego la relación de fracciones de absorción resonante integrados, de la cerámica G en la tabla 3.3.

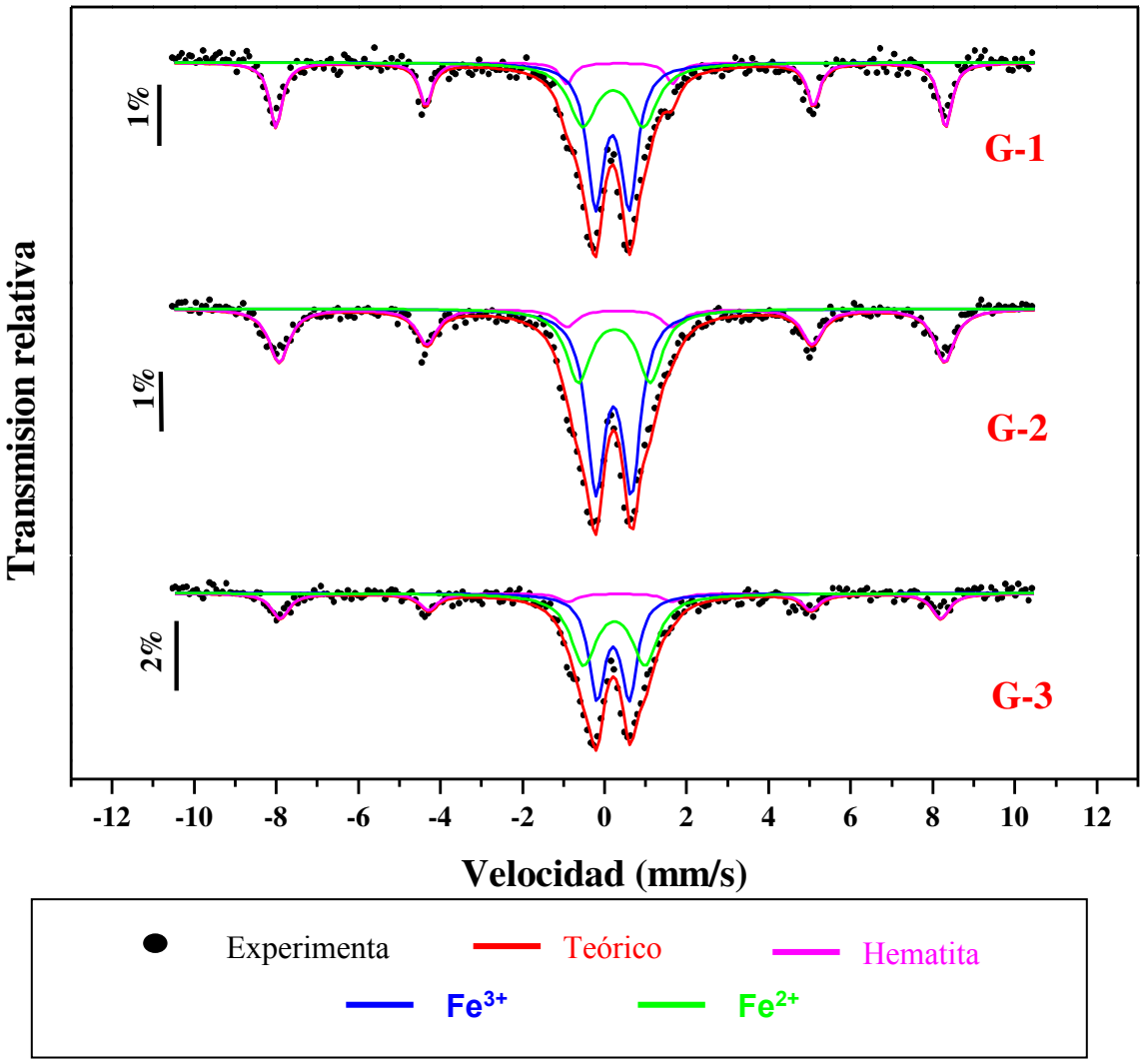


Figura 3.3. Espectro Mössbauer de las muestras G1, G2 y G3.

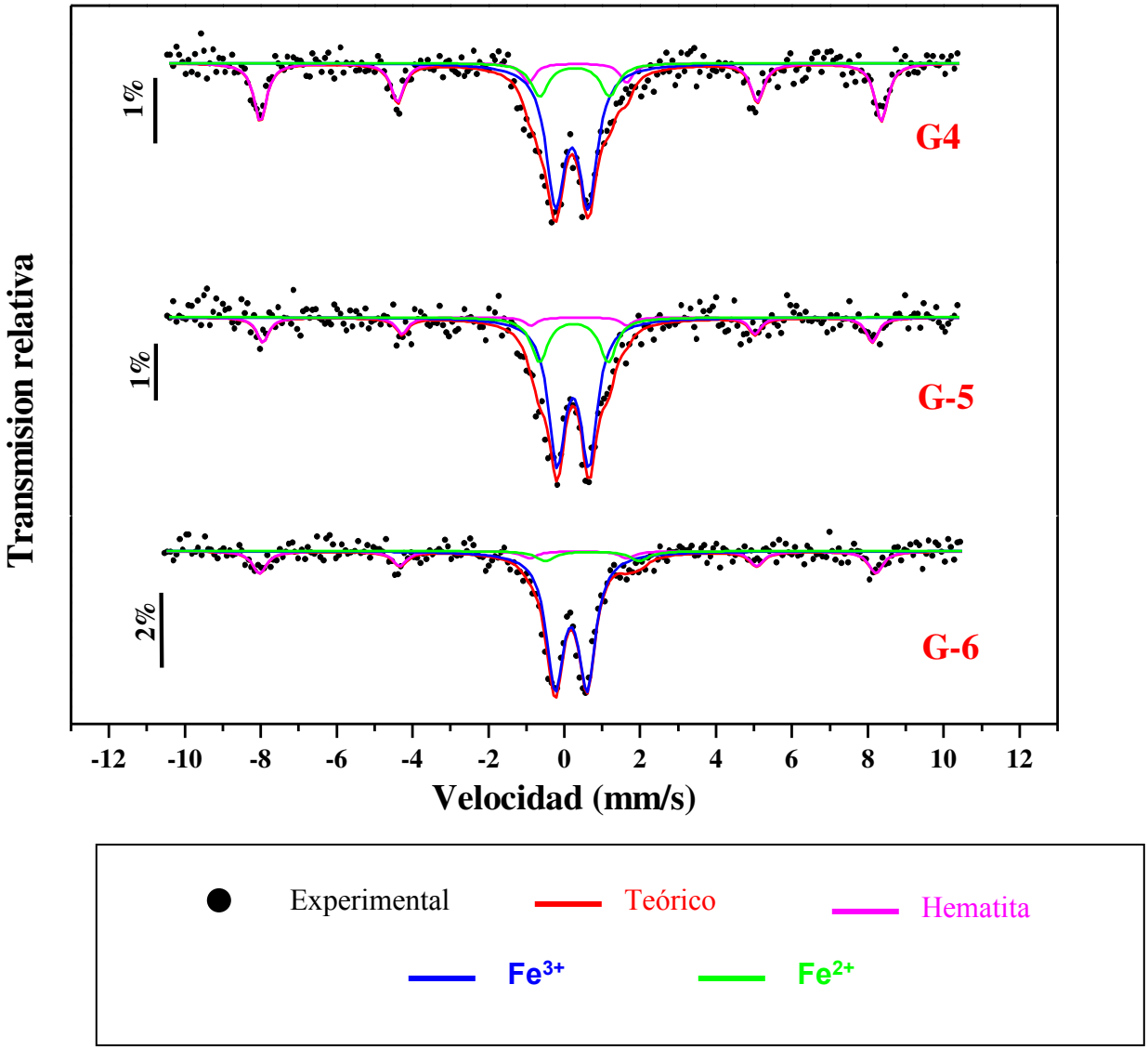


Figura 3.4 Espectro Mössbauer de las muestras G4, G5 y G6.

Tabla 3.1. Parámetros hiperfinos de las especies minerales identificadas de las cerámicas.

Muestra	Fase A (Fe^{2+})				Fase B (Fe^{3+})				Hematita				
	IS	QS	Γ	A	IS	QS	Γ	A	BH_f	IS	QS	Γ	A
G1	0.21	1.47	0.82	31	0.19	0.82	0.49	41	50.64	0.26	-0.22	0.38	28
G2	0.24	1.75	0.72	25	0.22	0.87	0.55	42	50.22	0.27	-0.19	0.6	33
G3	0.24	1.5	0.77	41	0.21	0.79	0.48	37	49.92	0.26	-0.23	0.52	22
G4	0.27	1.84	0.55	13	0.2	0.87	0.043	53	50.8	0.26	-0.18	0.416	34
G5	0.25	1.81	0.53	17	0.23	0.85	0.54	66	49.8	0.23	-0.29	0.39	17
G6	0.74	2.48	0.6	6	0.18	0.84	0.54	73	50.11	0.23	-0.28	0.46	21

En la tabla 3.2 podemos observar que el Fe^{2+}, Fe^{3+} y la hematita se encuentran, aproximadamente, con las mismas concentraciones para las muestras G1, G2, G3. En el caso de las muestras G4, G5 y G6 se observa mayor concentración de Fe^{2+}, disminuyendo notablemente en concentración el Fe^{3+}.

Tabla 3.2. Relación de fracciones de absorción resonante integrados, de la cerámica G.

	G1		**G2**		**G3**	
	Area Relativa (mm/s)	**%**	**Area Relativa (mm/s)**	**%**	**Area Relativa (mm/s)**	**%**
Hematita	0.146	29	0.145	33	0.114	22
Fe $^{3+}$	0.156	30	0.109	25	0.208	39
Fe $^{2+}$	0.208	41	0.18	42	0.208	39
Total	**0.51**	**100**	**0.434**	**100**	**0.53**	**100**
	G4		**G5**		**G6**	
	Area Relativa (mm/s)	**%**	**Area Relativa (mm/s)**	**%**	**Area Relativa (mm/s)**	**%**
Hematita	0.138	34	0.052	17	0.081	21
Fe $^{3+}$	0.051	13	0.052	17	0.023	6
Fe $^{2+}$	0.22	53	0.208	66	0.289	73
Total	**0.409**	**100**	**0.312**	**100**	**0.393**	**100**

Asimismo, la tabla 3.4 muestra los parámetros correspondientes a dos espectros de una misma muestra cerámica San Marcos realizados a temperatura ambiente y a 16.5 k., así como la tabla 3.3, que muestra la relación de fracciones de absorción resonante integrados, de la cerámica pasta G a temperatura de 16.5 K. El aumento en el porcentaje de la componente magnética del espectro efectuado a 16.5 k respecto al de temperatura ambiente, es suficientemente significativo para establecer la existencia de hematita súper paramagnéticas, puesto que se visualiza un aumento del 11% en la hematita a bajas temperaturas, disminuyendo este mismo porcentaje en el Fe^{2+} a dicha temperatura. La figura 3.5 muestra el espectro experimental con las líneas de absorción ajustadas

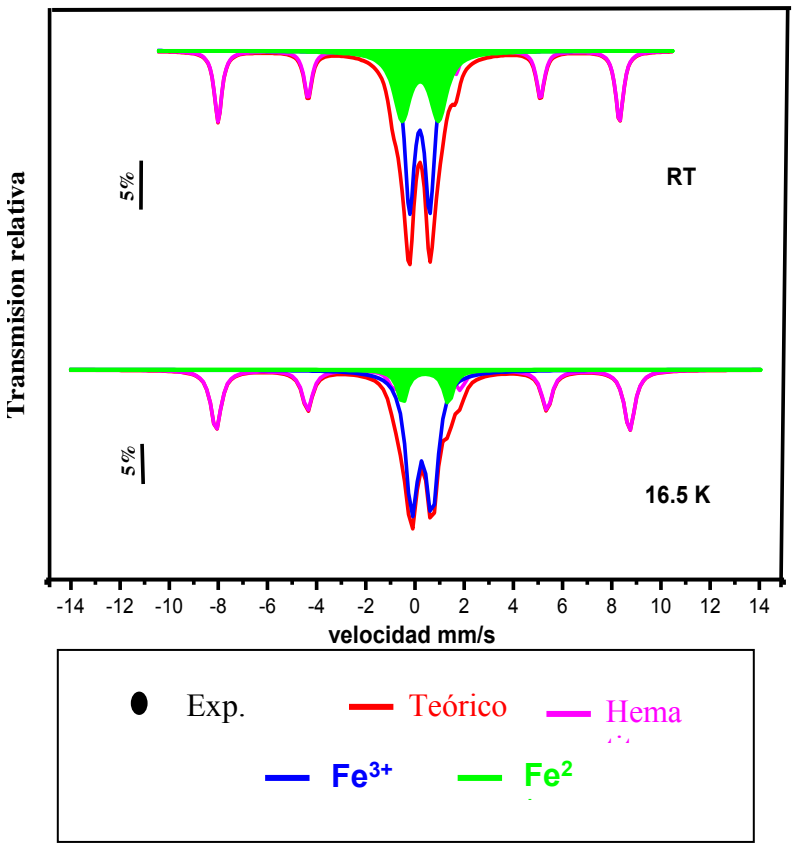


Figura 3.5. Cerámica G 1, espectro tomado a alta velocidad con temperaturas de 16.5 y RT.

Tabla 3.3. Parámetros hiperfinos de las especies minerales identificadas de la cerámica muestra G1 a 16.5 K.

Temperatura	Fase A (Fe^{2+})				Fase B (Fe^{3+})				Hematita				
	IS	QS	Γ	A	IS	QS	Γ	A	BH_f	IS	QS	Γ	A
RT	0.21	1.47	0.82	31	0.19	0.82	0.49	40	50.64	0.26	-0.22	0.38	29
16.5 K	0.42	1.86	0.49	20	0.28	0.82	0.6	40	52.14	0.4	-0.19	0.52	40

Tabla 3.4. Relación de fracciones de absorción resonante integrados, de la cerámica pasta G a temperatura de 16.5 K y a RT.

	G1 RT		**G1 16.5k**	
	Area Relativa (mm/s)	**%**	**Area Relativa (mm/s)**	**%**
Hematita	0.146	29	0.242	40
Fe^{3+}	0.156	31	0.1593	40
Fe^{2+}	0.208	40	0.242	20
Total	**0.51**	**100**	**0.434**	**100**

3.1.3 Análisis por MEB y EDX

En la figura 3.7 se muestra una vista panorámica tomada con un aumento de 200 veces de la cerámica G1, en la cual la línea horizontal es una escala que sirve para identificar el tamaño de grano. Las letras A, B, C y D indican los granos que serán analizados con mayor detenimiento en los subsiguientes gráficos. En la tabla 3.6 se muestran los porcentajes de abundancia de los elementos en la muestra cerámica G1 analizados por EDX.

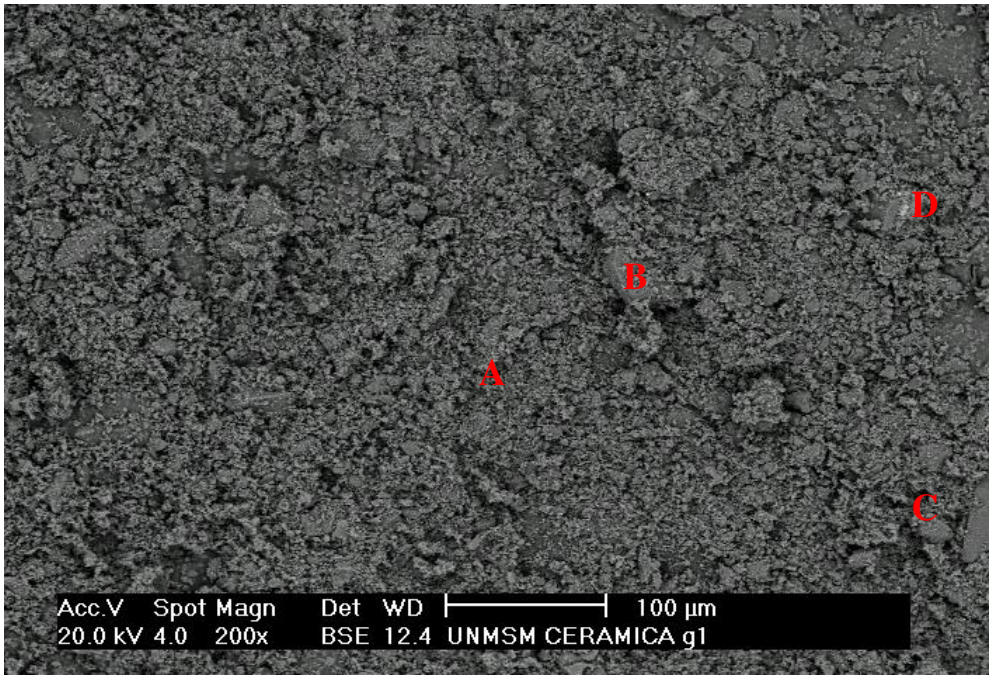


Figura 3.6. Vista panorámica (200x de aumento) de la cerámica G1.

La figura 3.7 muestra la morfología del grano A tomada con un aumento de 6400 veces sobre el grano A, muestra G1. El tamaño del grano alcanzando es de 10 µm. La composición química de dicho grano tomada con EDX se muestra en la figura 3.8, en la cual resalta Si, O, Al, Ca, K, Fe.

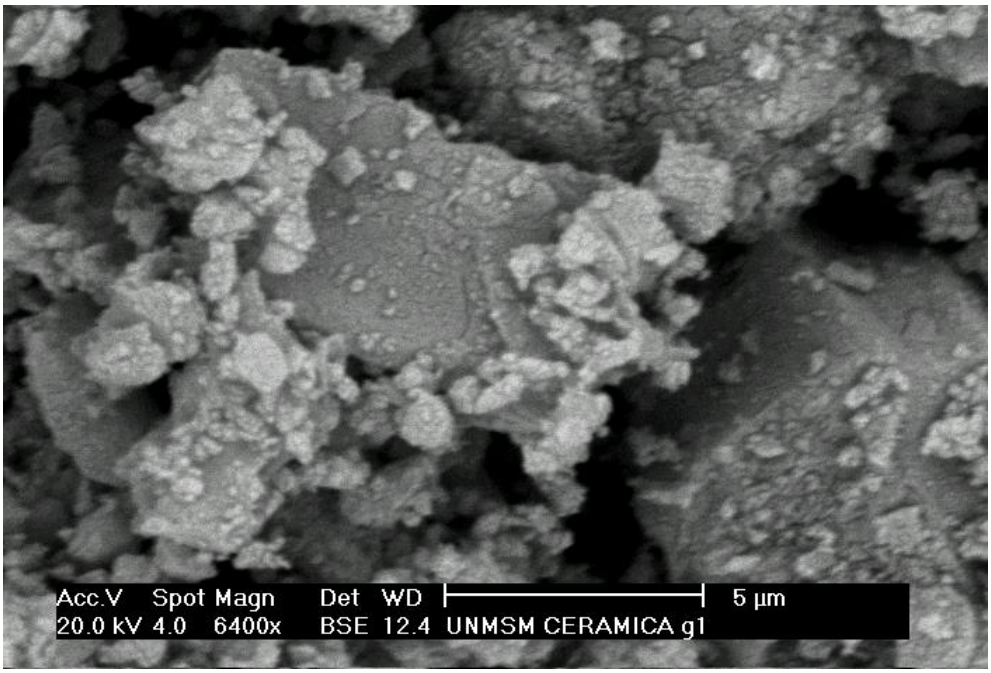


Figura 3.7. Aumento 6400x del grano A de la cerámica G1. De un diámetro horizontal aproximado de 10µm.

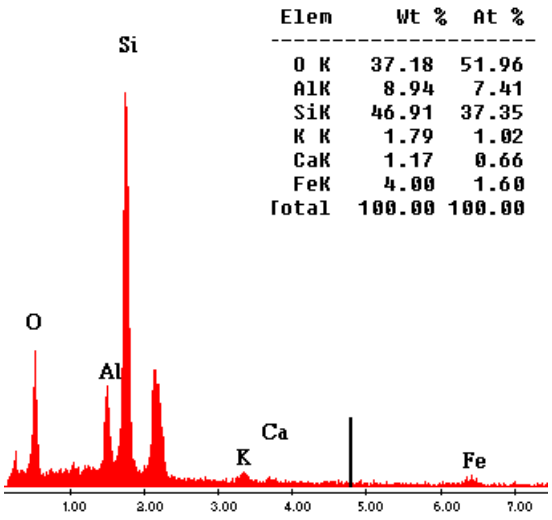


Figura 3.8. Análisis químico por EDX del grano A de la cerámica G1

La figura 3.9 muestra la morfología del grano B tomada con un aumento de 1600 veces sobre el grano B, muestra G1. El tamaño del grano alcanzando es de 35 µm aproximadamente. La composición química de dicho grano tomada con EDX se muestra en la figura 3.10, en la cual resaltan Si, Al y O.

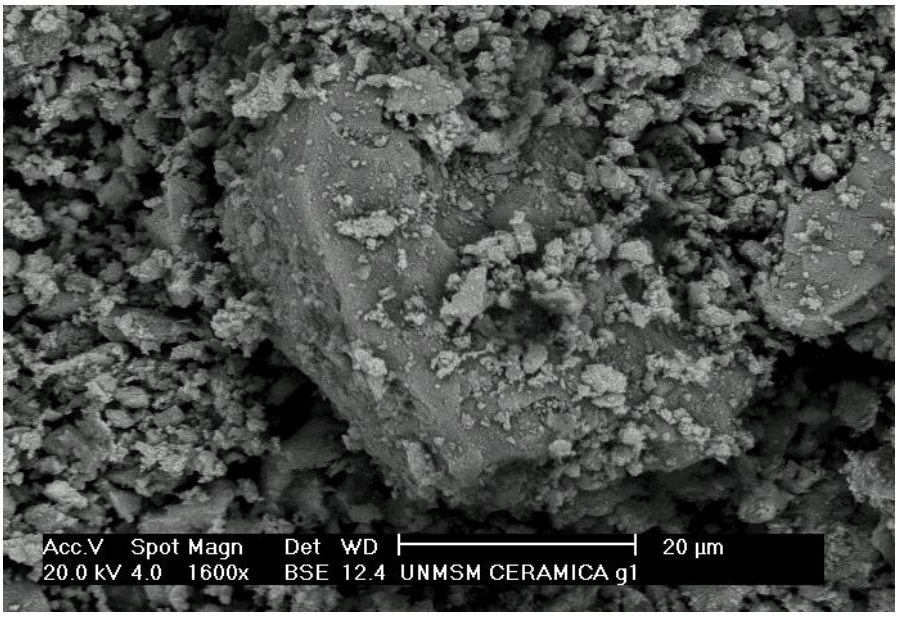
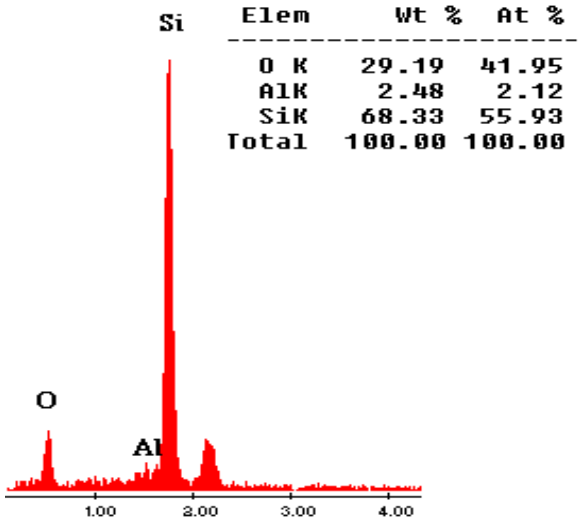


Figura 3.9. Aumento 1600x del grano B de la cerámica G1. De un diámetro horizontal aproximado de 35µm.



Elem	Wt %	At %
O K	29.19	41.95
AlK	2.48	2.12
SiK	68.33	55.93
Total	100.00	100.00

Figura 3.10. Análisis químico por EDX del grano B de la cerámica G1.

La figura 3.11 muestra la morfología del grano C tomada con un aumento de 983 veces sobre el grano C, muestra G1. El tamaño del grano alcanzando es de 35 µm aproximadamente. La composición química de dicho grano tomada con EDX se muestra en la figura 3.12, en la cual se observa la presencia de Si y O.



Figura 3.11. Aumento 983x del grano C de la cerámica G1. De un diámetro horizontal aproximado de 60µm.

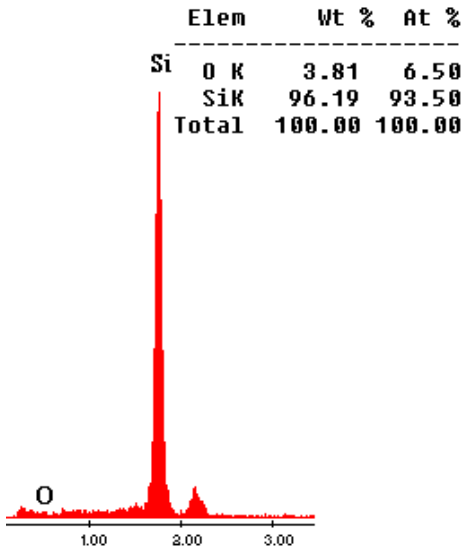


Figura 3.12. Análisis químico del grano C de la cerámica G1.

La figura 3.13 muestra la morfología del grano D tomada con un aumento de 6400 veces sobre el grano D, muestra G1. El tamaño del grano alcanzando es de 8 µm aproximadamente. La composición química de dicho grano tomada con EDX se muestra en la figura 3.14, donde se observa la presencia de en un gran porcentaje de Pb, ademas de Si, O, Al y Cl.

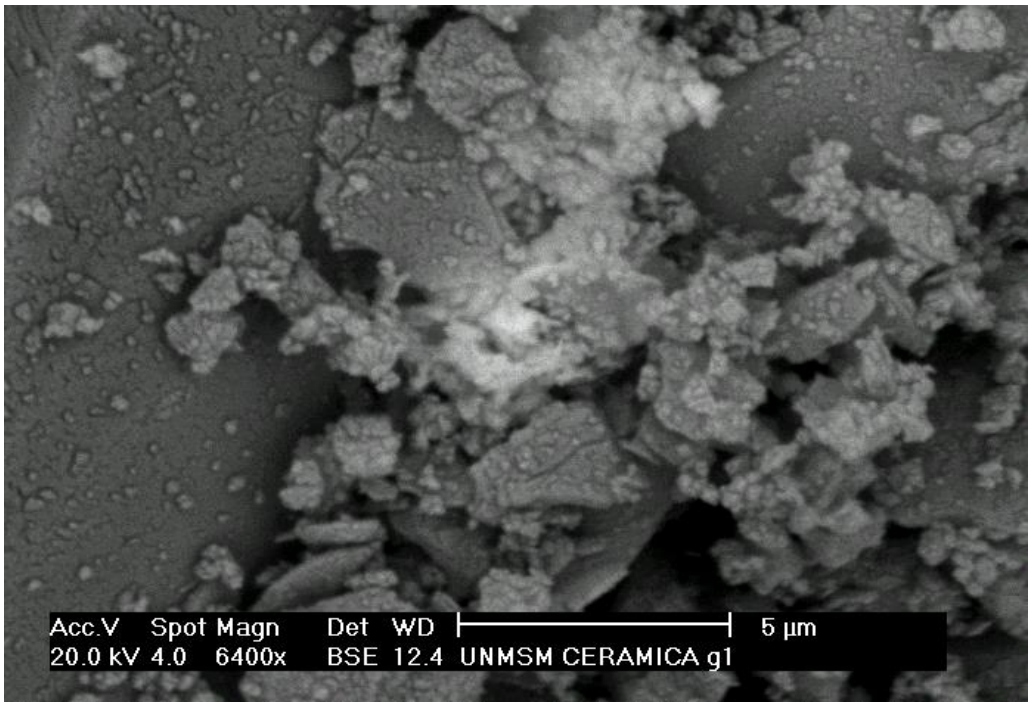


Figura 3.13. Aumento 6400x del grano D cerámica G1, con un diámetro aproximado de 8µm

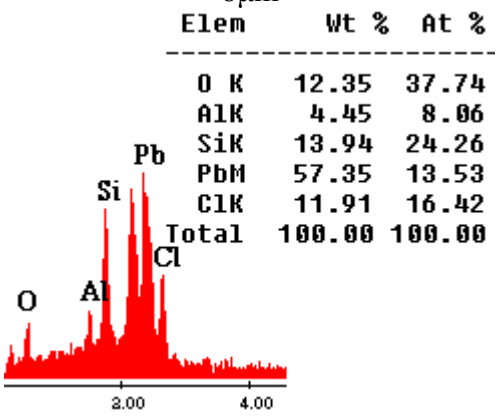


Figura 3.14. Análisis químico del grano D de la cerámica G1.

Tabla 3.5. Porcentaje de abundancia de los elementos en la muestra cerámica G1 analizados mediante dispersión de energía.

Cerámica G1	O	Al	Si	K	Ca	Fe	Pb	Cl
GRANO A	37.18%	8.94%	46.91%	1.79%	1.17%	4.00%		
GRANO B	29.19%	2.48%	68.33%					
GRANO C	3.81%		96.19%					
GRANO D	12.35%	4.45%	13.94%				57.35%	4.91%

Una vista panorámica tomada con un aumento de 200 veces de la cerámica G2, se muestra en la figura 3.16, en la cual la línea horizontal es una escala que sirve para identificar el tamaño de grano. Las letras A, B, C y D indican los granos que serán analizados con mayor detenimiento en los subsiguientes gráficos. En la tabla 3.7 se muestran los porcentajes de abundancia de los elementos en la muestra cerámica G2 analizados por EDX.

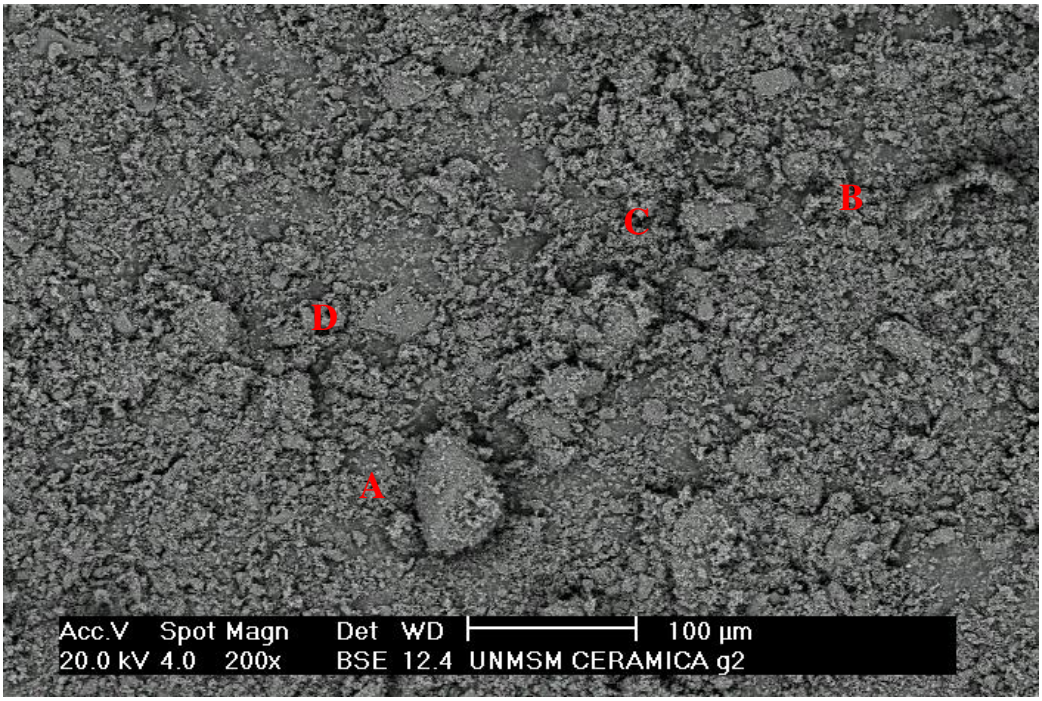


Figura 3.15. Vista panorámica (200x de aumento) de la cerámica G2. Los granos A, B, C, y D serán analizados en los subsiguientes gráficos.

La figura 3.16 muestra la morfología del grano A tomada con un aumento de 6400 veces sobre el grano A, muestra G2. El tamaño del grano alcanzando es de 10 µm. La composición química de dicho grano tomada con EDX se muestra en la figura 3.17, se observa la presencia de Si y O.

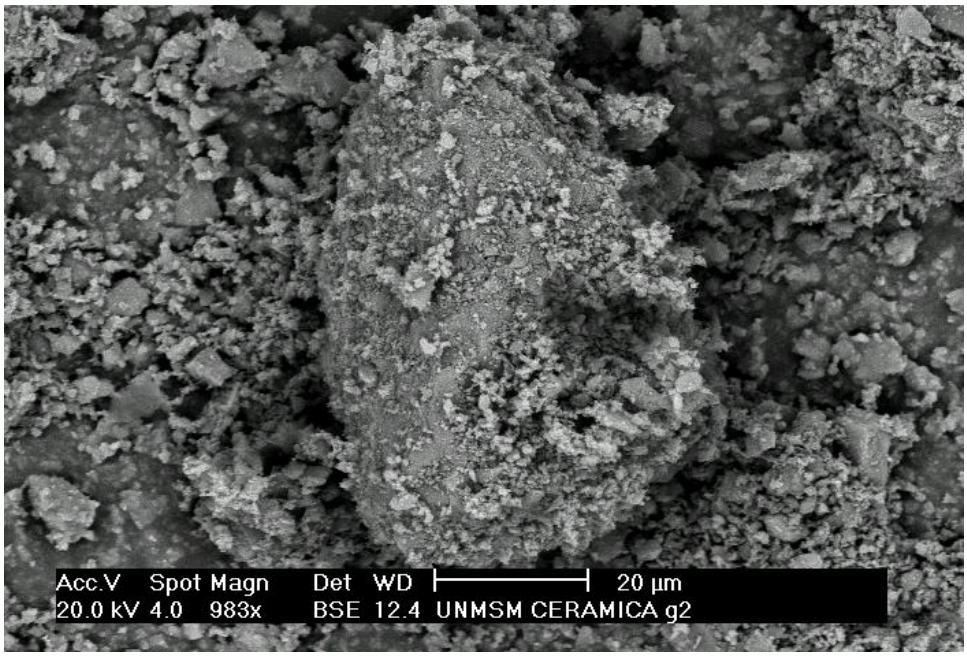


Figura 3.16. Aumento 983x del grano A de la cerámica G2. Cuyo diámetro aproximado es de 70µm sobre la línea vertical.

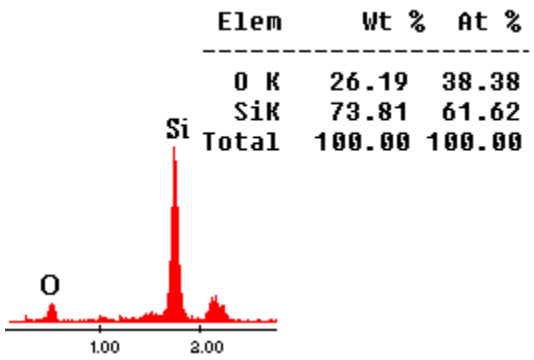


Figura 3.17. Análisis químico del grano A de la cerámica G2.

La figura 3.18 muestra la morfología del grano B tomada con un aumento de 3393 veces sobre el grano B, muestra G2. El tamaño del grano alcanzando es de 30 µm. La composición química de dicho grano tomada con EDX se muestra en la figura 3.19, donde se observa la presencia de Si, O, Fe, Al, K, Ti, Mg.

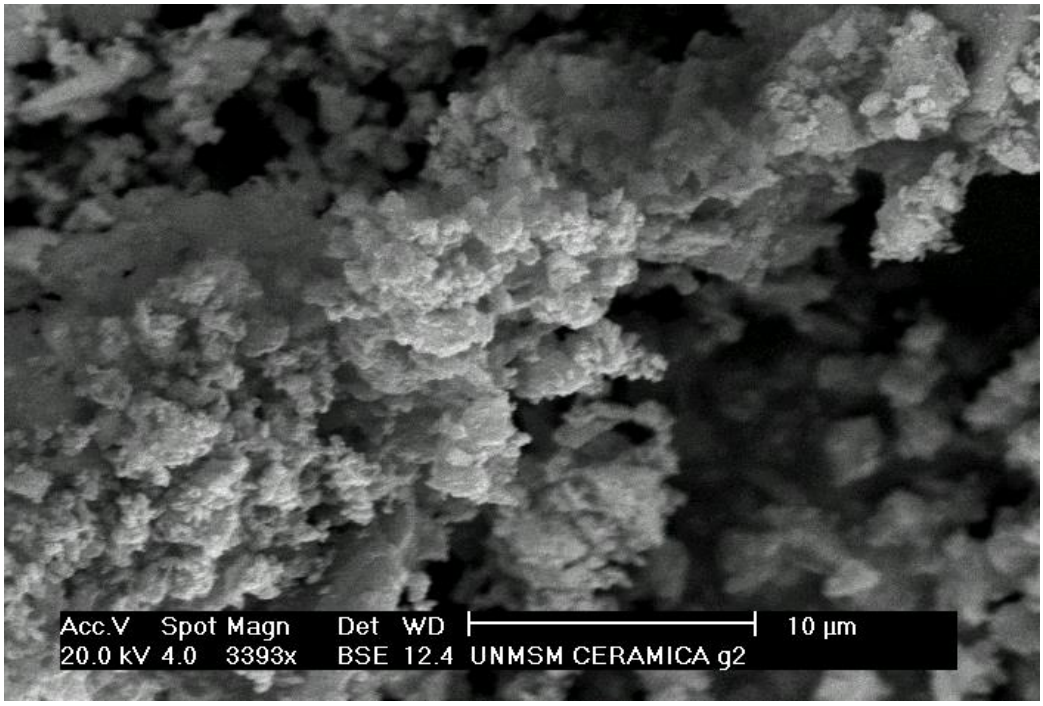


Figura 3.18. Aumento 3393x del grano B de la cerámica G2. Cuyo diámetro aproximados es de 30µm sobre la línea diagonal del mismo.

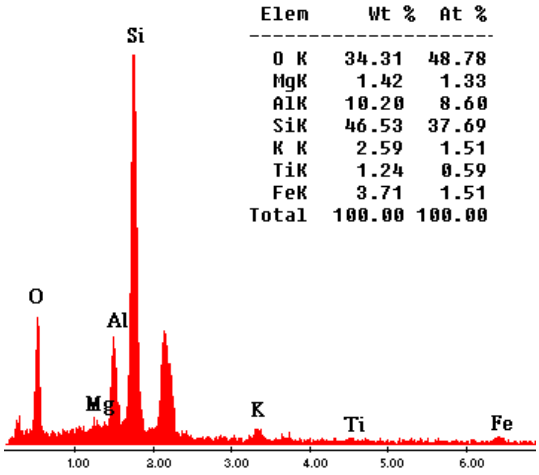


Figura 3.19. Análisis químico del grano B de la cerámica G2.

La figura 3.20 muestra la morfología del grano C tomada con un aumento de 2240 veces sobre el grano C, muestra G2. El tamaño del grano alcanzando es de 30 µm. La composición química de dicho grano tomada con EDX se muestra en la figura 3.21, donde se observa la presencia de Si, O.

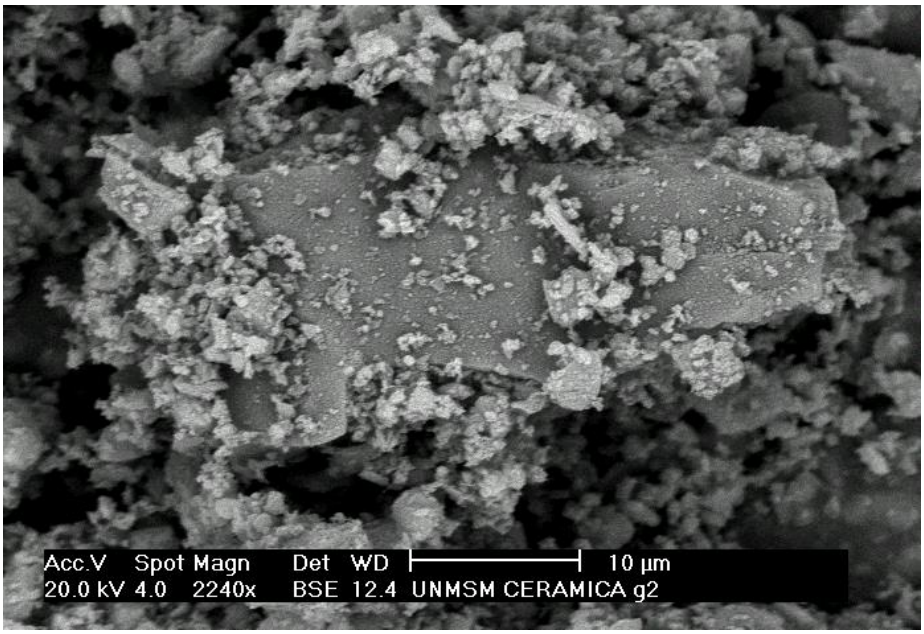


Figura 3.20. Aumento 2240x del grano C de la cerámica G2. Cuyo diámetro aproximado sobre la línea horizontal es de 30µm sobre la línea diagonal del mismo.

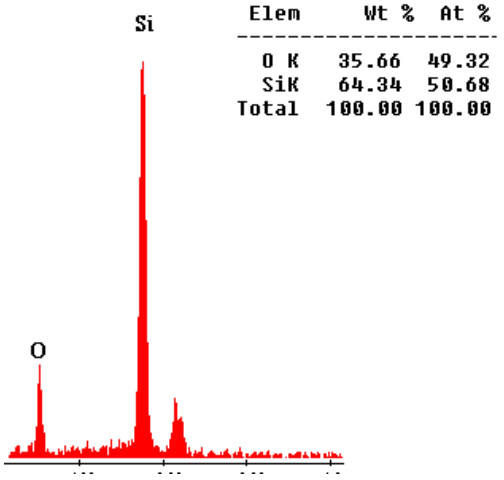


Figura 3.21 . Análisis químico del grano C de la cerámica G2.

La figura 3.22 muestra la morfología del grano D tomada con un aumento de 4481 veces sobre el grano D, muestra G2. El tamaño del grano alcanzando es de 5 µm. La composición química de dicho grano tomada con EDX se muestra en la figura 3.23, donde se observa la presencia de Al, O, Si, Fe, Mg, K, Ca.

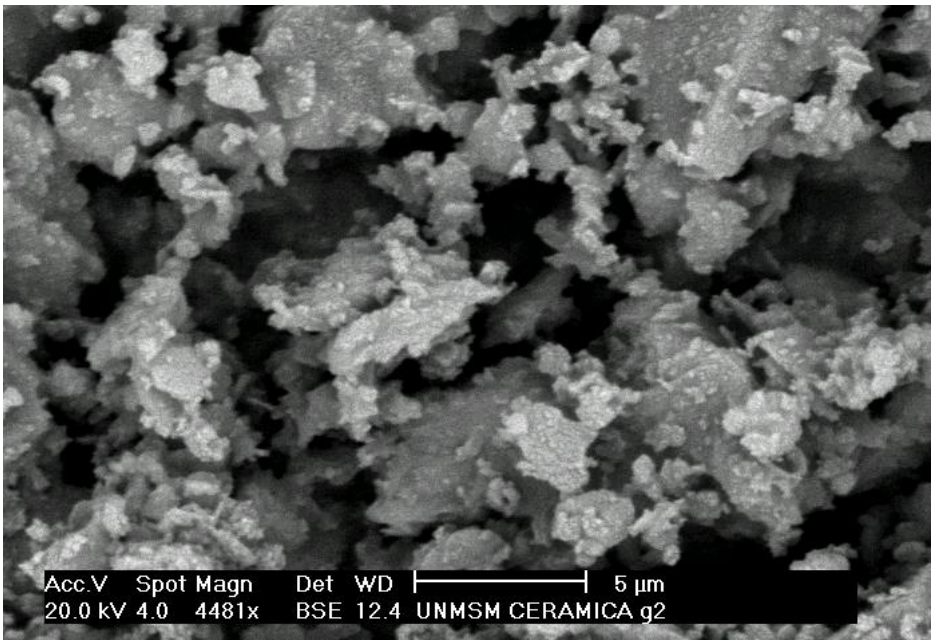


Figura 3.22. Aumento 4481x del grano D de la cerámica G2.

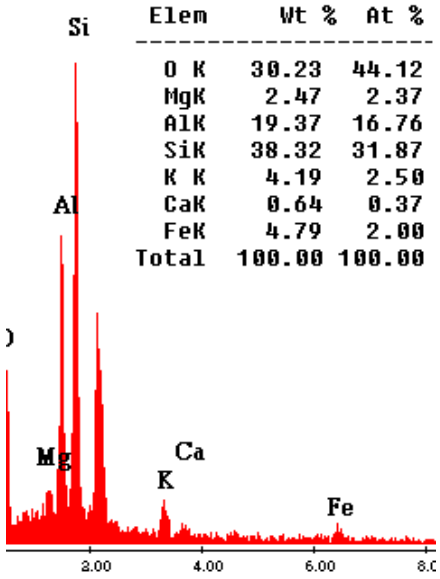


Figura 3.23 . Análisis químico del grano D de la cerámica G2.

Tabla 3.6. Porcentaje de abundancia de los elementos en la muestra cerámica G2 analizados mediante dispersión de energía.

Cerámica G2	O	Al	Si	K	Ca	Fe	Mg	Ti
GRANO A	26.19%		73.81%					
GRANO B	34.31%	10.20%	46.53%	2.59%		3.71%	1.42%	1.24%
GRANO C	35.66%		64.34%					
GRANO D	30.23%	19.37%	38.32%	4.19%	0.64%	4.79%	2.47%	

3.2 Cerámica Huaca Pachacamac estilo Wari

3.2.1 Análisis por rayos X

En la figura 3 se presentan difractogramas de rayos X de la muestra tipo P en las que se detectaron las siguientes fases mineralógicas con sus respectivas tarjetas PDF:.Hematita (33-0664), Cuarzo (05-0490), Anorthita Sodio Ordenada (20-0528), Albita Ordenada (19-1184 y 20-0554), Plomo Lodide (73-1752), Albita (01-0739).

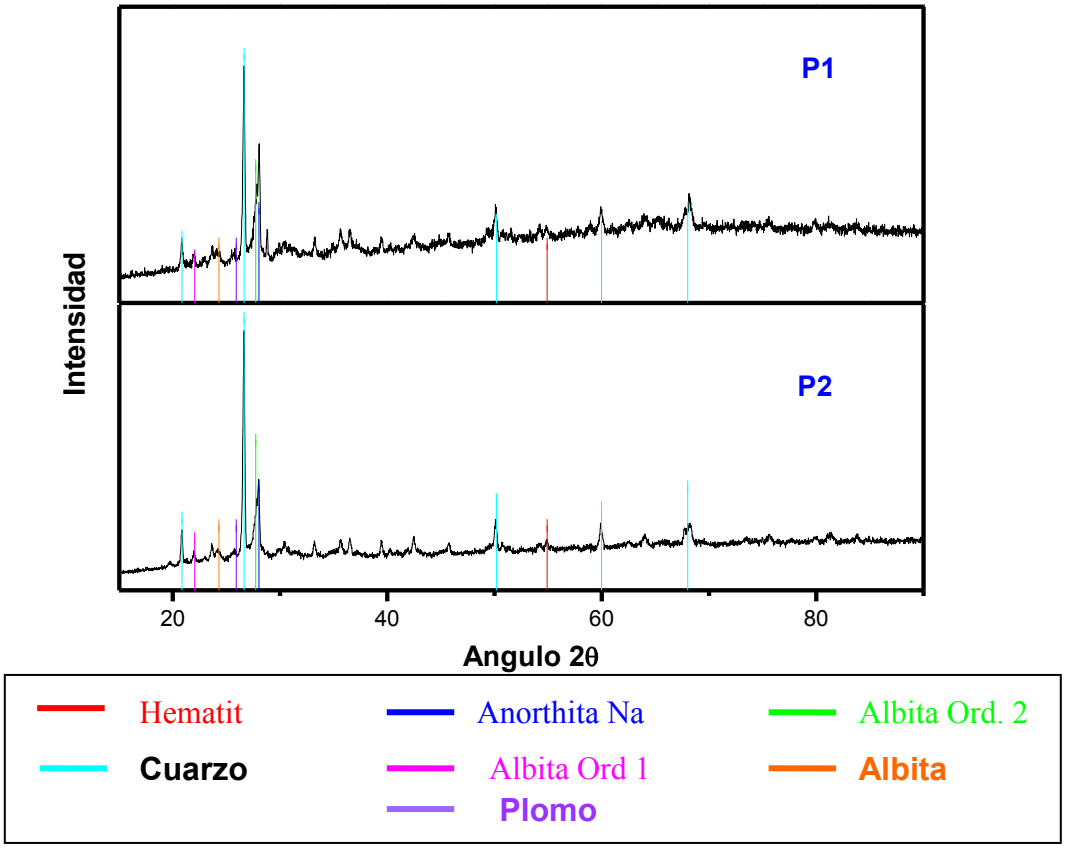


Figura 3.24. Difractograma de rayos X de las muestras cerámicas designadas como P1 y P2.

3.2.2 Análisis por espectroscopia Mössbauer

Los espectros Mössbauer a temperatura ambiente de las muestras de Pachacamac estilo Pachacamac presentaron 2 dobletes cuadrupolares típicos de Fe^{2+} y Fe^{3+} en coordinación octaédrica, y un sexteto correspondiente a la Hematita.

La figura 3.25 muestra el espectro experimental con las líneas de absorción ajustadas y la tabla 3.7 recoge los parámetros hiperfinos Mössbauer, calculando luego la relación de fracciones de absorción resonante integrados, de la cerámica G en la tabla 3.8.

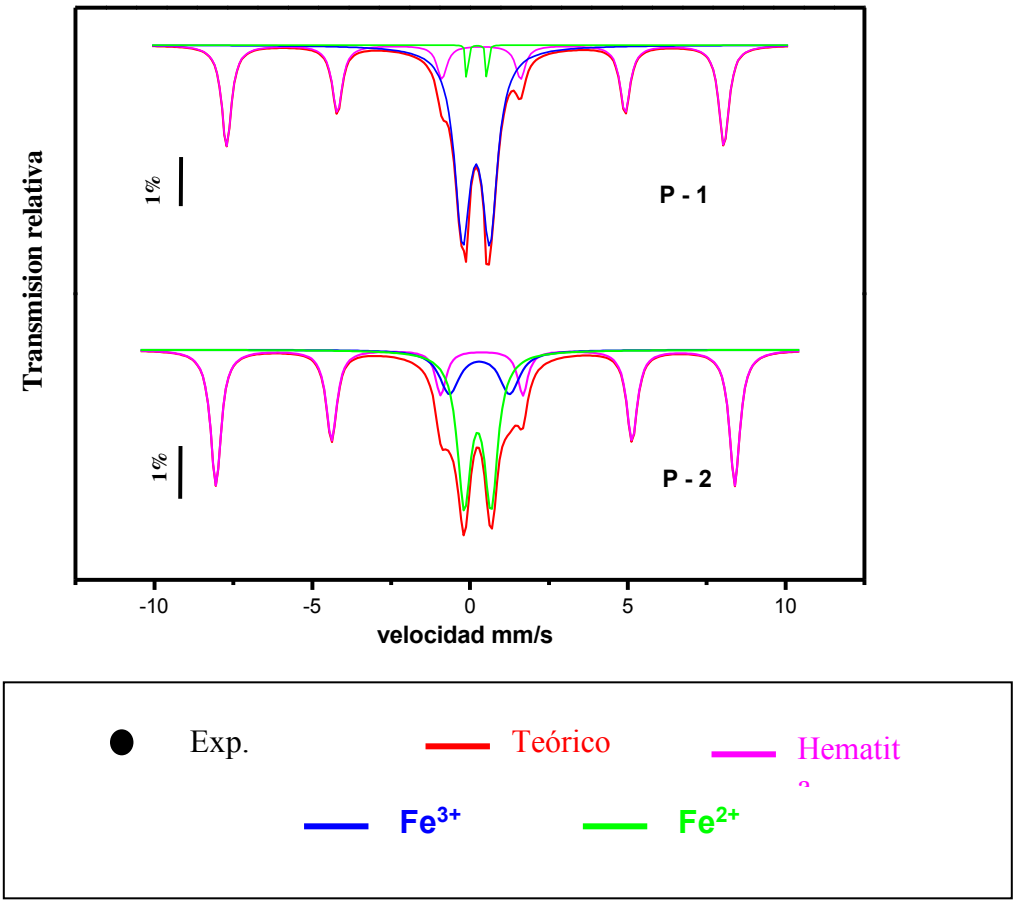


Figura 3.25 Espectro Mössbauer de las muestras P1 y P2.

Tabla 3.7. Parámetros hiperfinos de las especies minerales identificadas de las cerámicas

Muestra	Fase A (Fe^{2+})				Fase B (Fe^{3+})				Hematita				
	IS	QS	Γ	A	IS	QS	Γ	A	BH_f	IS	QS	Γ	A
P1	0.2	0.95	0.66	54	0.2	0.67	0.24	8	50.79	0.26	-0.2	0.39	38
P2	0.27	1.77	0.85	12	0.22	0.83	0.5	38	50.95	0.27	-0.2	0.4	50

En la tabla 3.8 podemos observar que Fe^{2+}, Fe^{3+} y la hematita se encuentra en diferentes concentraciones para cada una de las fases analizadas.

Tabla 3.8. Relación de fracciones de absorción resonante integrados, de la cerámica P.

	P1		P2	
	Area Relativa (mm/s)	%	Area Relativa (mm/s)	%
Hematita	0.24	38	0.21	50
Fe^{2+}	0.34	54	0.052	12
Fe^{3+}	0.04	8	0.16	38
Total	0.62	100	0.422	100

3.2.3 Análisis por MEB y EDX.

Una vista panorámica tomada con un aumento de 100 veces de la cerámica P1, se muestra en la figura 3.26, en la cual la línea horizontal es una escala que sirve para identificar el tamaño de grano. Las letras A, B, C y D indican los granos que serán analizados con mayor detenimiento en los subsiguientes gráficos. En la tabla 3.9 se muestran los porcentajes de abundancia de los elementos en la muestra cerámica G1 analizados por EDX.

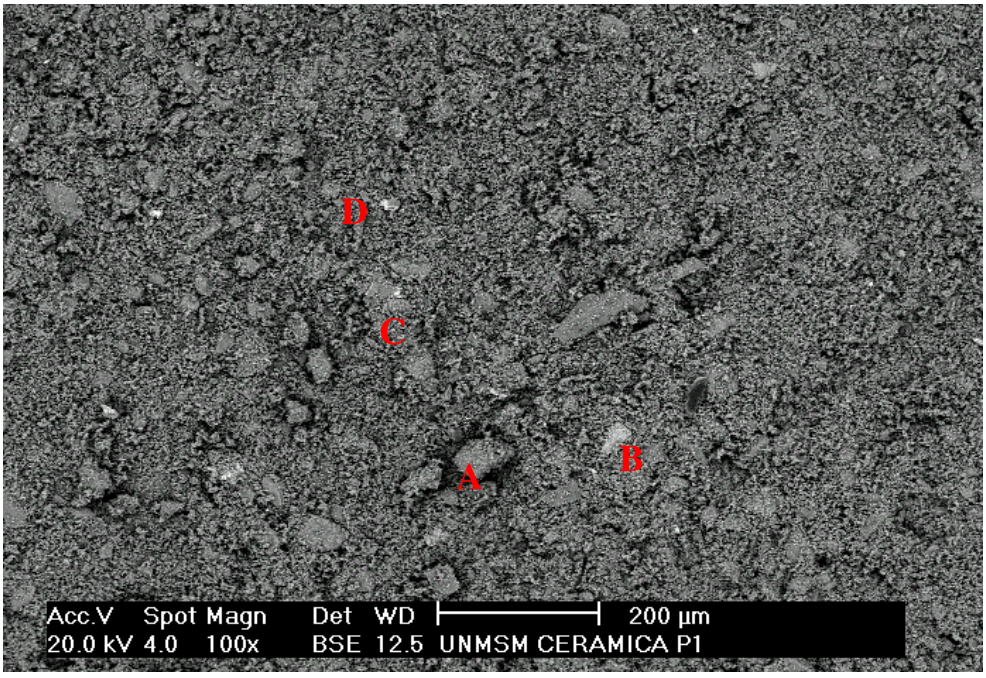


Figura 3.26 Vista panorámica (100x de aumento) de la cerámica P1

La figura 3.27 muestra la morfología del grano A tomada con un aumento de 1018 veces sobre el grano A, muestra P1, el tamaño del grano alcanzando es de 50 µm. La composición química de dicho grano tomada con EDX se muestra en la figura 3.29, en la cual resaltan Al, Si, O, K, Ca y Na.

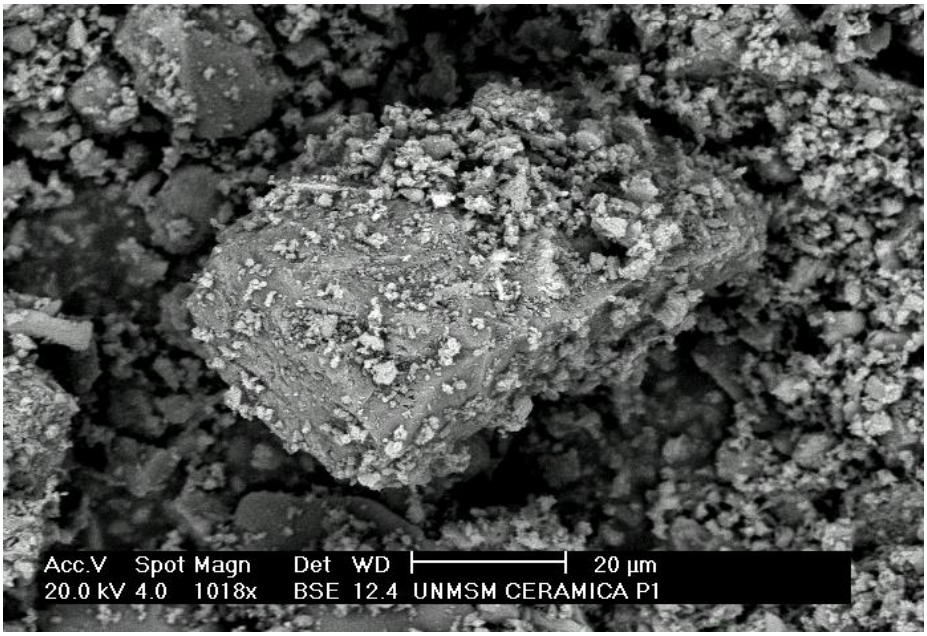
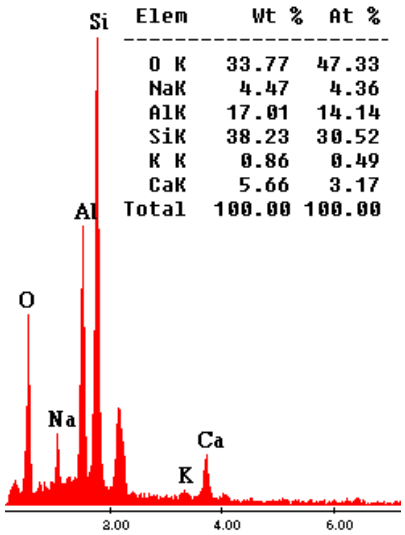


Figura 3.27. Aumento 1018 del grano A de la cerámica P1. De un diámetro horizontal aproximado de 20µm



Elem	Wt %	At %
O K	33.77	47.33
NaK	4.47	4.36
AlK	17.01	14.14
SiK	38.23	30.52
K K	0.86	0.49
CaK	5.66	3.17
Total	100.00	100.00

Figura 3.28. Análisis químico por EDX del grano A de la cerámica P1

La figura 3.29 muestra la morfología del grano B tomada con un aumento de 1251 veces sobre el grano B, muestra P1, el tamaño del grano alcanzando es de 45 µm aproximadamente. La composición química de dicho grano tomada con EDX se muestra en la figura 3.30, en la cual resaltan la presencia de O, Fe.

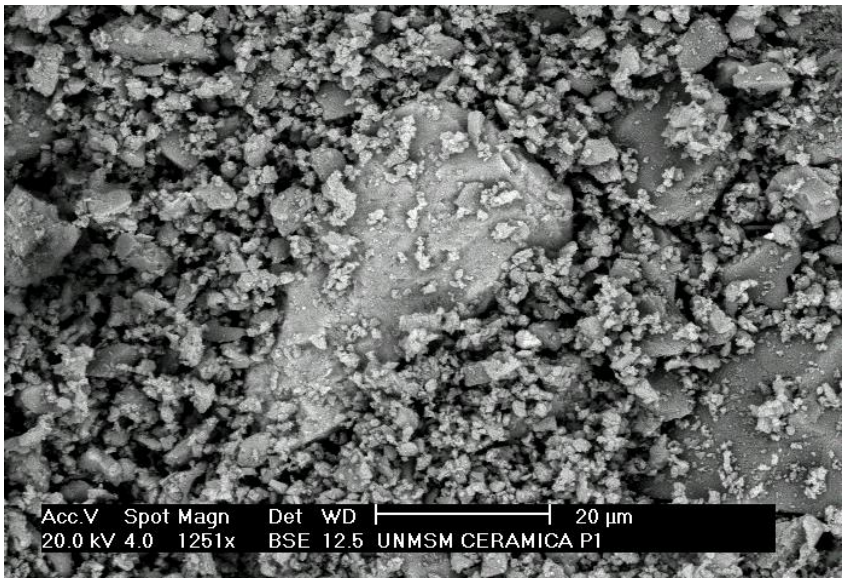


Figura 3.29. Aumento 1215 del grano B de la cerámica P1. De un diámetro horizontal aproximado de 45µm

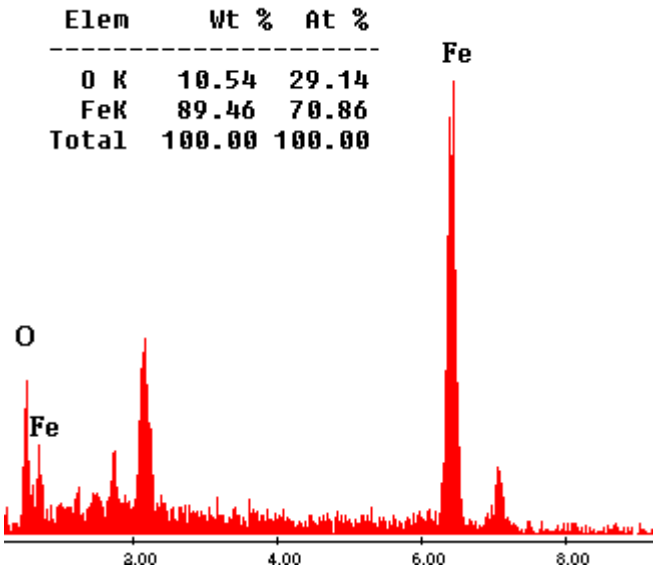


Figura 3.30 Análisis químico por EDX del grano B de la cerámica P1.

La figura 3.31 muestra la morfología del grano C tomada con un aumento de 5005 veces sobre el grano C, muestra P1, el tamaño del grano alcanzando es de 8 µm aproximadamente. La composición química de dicho grano tomada con EDX se muestra en la figura 3.32, en la cual resalta la presencia Si, O, Al, Fe, K y Pb.

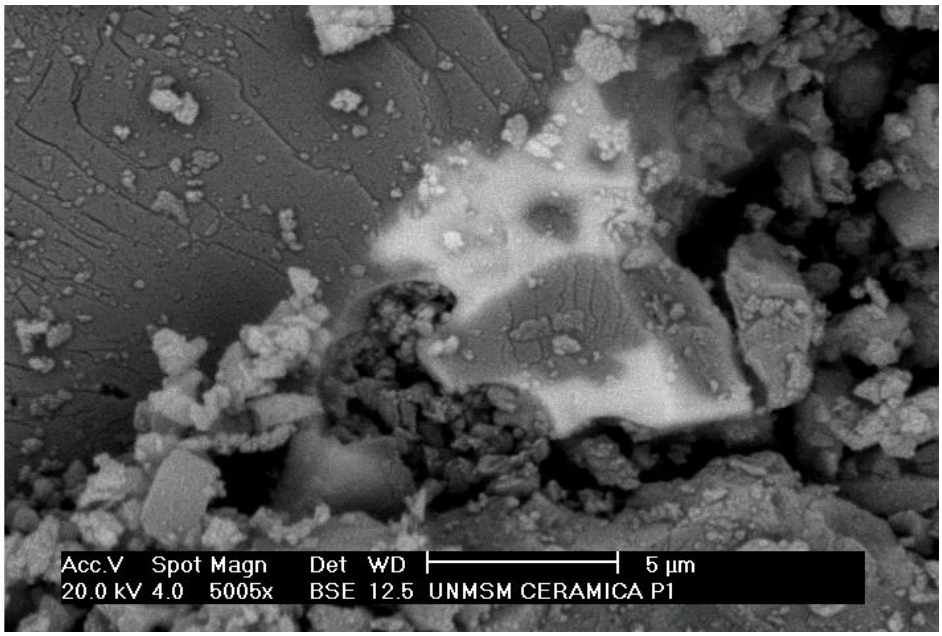


Figura 3.31. Aumento 1018 del grano A de la cerámica P1. De un diámetro horizontal aproximado de 20µm.

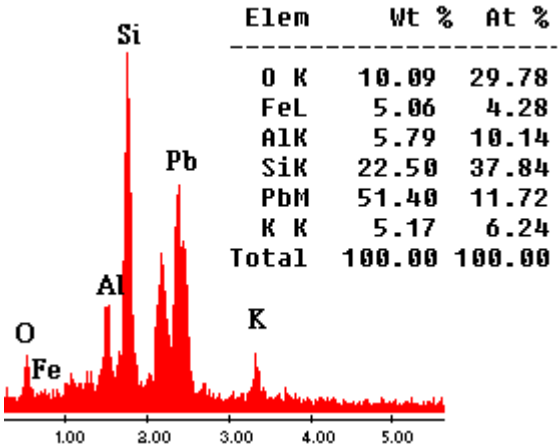


Figura 3.32. Análisis químico por EDX del grano C de la cerámica P1.

La figura 3.33 muestra la morfología del grano D tomada con un aumento de 3295 veces sobre el grano D, muestra P1; el tamaño del grano alcanzando es de 20 µm aproximadamente. La composición química de dicho grano tomada con EDX se muestra en la figura 3.34, donde se observa la presencia de Al, Si, O, K y Pb.

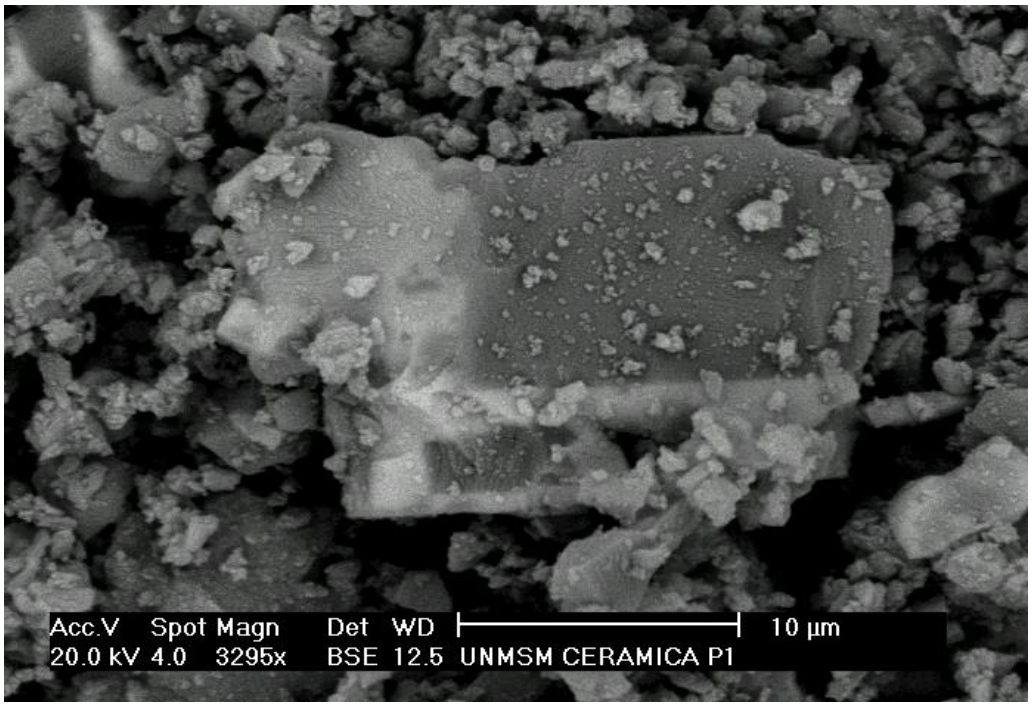


Figura 3.33. Aumento 3295 del grano D de la cerámica P1. De un diámetro horizontal aproximado de 20µm

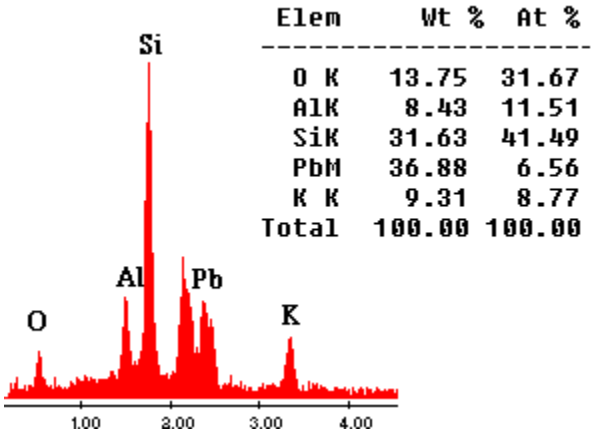


Figura 3.34 Análisis químico por EDX del grano D de la cerámica P1.

Tabla 3.9. Porcentaje de abundancia de los elementos en la muestra cerámica P1 analizados mediante dispersión de energía.

Cerámica P1	O	Al	Si	K	Ca	Fe	Pb	Mg	Ti	Na
GRANO A	33.77%	17.01%	38.23%	0.86%	5.66%					4.47%
GRANO B	10.54%					89.46%		1.42%	1.24%	
GRANO C	10.09%	5.79%	22.50%	5.17%			51.40%			
GRANO D	13.75%	8.43%	31.63%	9.31%			36.88%			

3.3 Cerámica San Marcos estilos Variados

3.3.1 Análisis por rayos X

En las figuras 3.1 y 3.2 se presentan difractogramas de rayos X de la muestra tipo A, B, D Y E, en las que se detectaron las siguientes fases mineralógicas con sus respectivas tarjetas PDF:.Hematita (33-0664), Cuarzo (05-0490), Anorthita Sodio Ordenada (20-0528), Albita Ordenada (20-0554), Plomo Lodide (73-1752), Albita (01-0739).

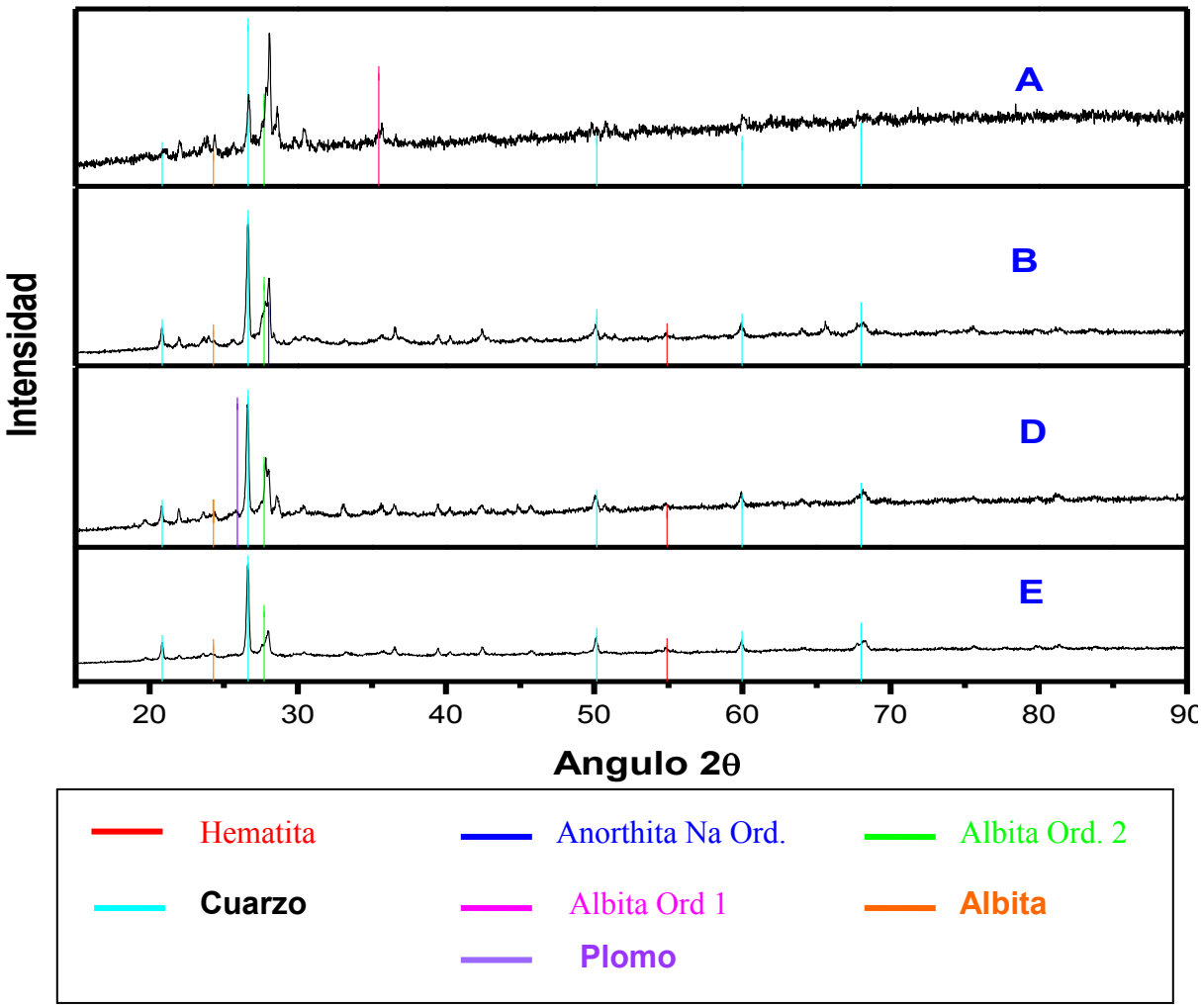


Figura 3.35. Difractograma de rayos X de las muestras cerámicas designadas como A, B, D y E.

En la siguiente tabla se muestra las cuatro (04) cerámicas designadas como A, B, D y E analizadas por difracción de rayos X, con sus respectivas fases mineralógicas y número de tarjeta PDF.

Tabla 3.10. Tabla composicional adquirida en el difractograma de rayos X.

Fase Mineralógica # de PDF	**Quartz 05-0490**	**Albita ord. 1 19-1184**	**Albita. Ord. 2 20-0554**	**Albita 01-0739**	**Anor. Na Ord 20-0528**	**Pb Iodide 73-1752**	**Hematita 33-0664**	**Magnetita 19-0629**
A	X		X	X				X
B	X		X	X	X		X	
D	X		X	X		X	X	
E	X		X	X			X	

3.3.2 Análisis por espectroscopia Mössbauer

Los espectros Mössbauer a temperatura ambiente de las muestras de cerámica San Marcos estilos B, D y E, un sexteto correspondiente a la Hematita, el cerámico con estilo A presentaron dos (02) sextetos correspondientes a la Magnetita. Todos los estilos A, B, D y E presentaron un dobletes cuadrupolar típicos de Fe^{2}. La totalidad de los espectros fueron pasados a alta velocidad aproximadamente a 10.4 mm/s.

La figura 3.36 muestra el espectro experimental con las líneas de absorción ajustadas y la tabla 3.11 recoge los parámetros hiperfinos Mössbauer, calculando luego la relación de fracciones de absorción resonante integrados, de las cerámicas A, B, D y E en la tabla 3.11.

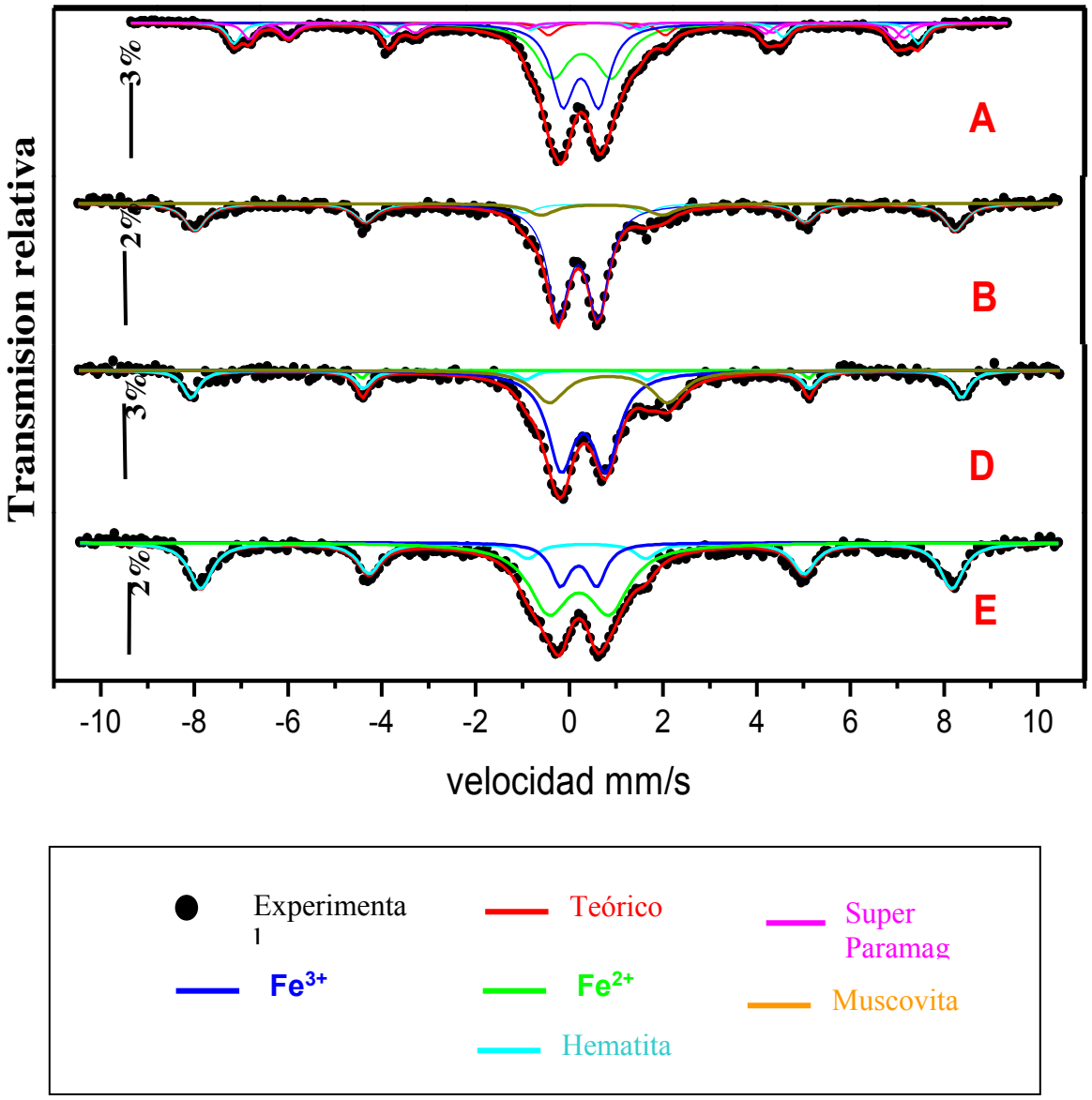


Figura 3.36 Muestra cerámica perteneciente a la Huaca San Marcos, estilo A, B, D, y E.

Tabla 3.11. Parámetros hiperfinos de las especies minerales identificadas de las cerámicas.

	Fase A (Fe^{2+})				Fase B (Fe^{3+})				Muscovita				Hematita					(superparamagnetica)				
	IS	QS	Γ	A	IS	QS	Γ	A	IS	QS	Γ	A	BH_f	IS	QS	Γ	A	BH_f	IS	QS	Γ	A
A	0.27	0.9	0.66	34	0.31	1.67	0.75	33	1.09	2.66	0.45	4	50.79	0.22	-0.14	0.38	11	45.91	0.54	0.05	0.45	9
																		48.06	0.18	-0.19	0.38	8
B	0.21	0.85	0.54	60					0.72	2.58	0.7	9	50.35	0.26	-0.22	0.54	31					
D	0.3	0.95	0.69	55					0.84	2.52	0.83	25	51.02	0.26	-0.22	0.41	20					
E	0.2	0.77	0.49	13	0.21	1.28	1.03	47					49.71	0.26	-0.22	0.59	40					

Tabla 3.12. Parámetros hiperfinos de las especies minerales identificadas de la cerámica pasta A, a temperaturas de 16.5 y 50 k.

Tempe	Fase A (Fe^{2+})				Fase B (Fe^{3+})				Muscovita				Hematita					(superparamagnetica)				
ratura	IS	QS	Γ	A	IS	QS	Γ	A	IS	QS	Γ	A	BH_f	IS	QS	Γ	A	BH_f	IS	QS	Γ	A
RT	0.27	0.9	0.66	34	0.31	1.67	0.75	33	1.09	2.66	0.45	4	50.79	0.22	-0.14	0.38	11	45.91	0.54	0.05	0.45	9
																		48.06	0.18	-0.19	0.38	8
50 k	0.34	1.0	0.6	34	0.7	1.58	0.7	22	1.14	2.67	0.6	8	51.74	0.37	-0.06	0.65	36					
16.5 K	0.38	0.96	0.6	37	0.45	1.57	0.7	17	1.08	2.66	0.6	9	51.59	0.37	-0.09	0.65	37					

Tabla 3.13. Relación de fracciones de absorción resonante integrados, de las cerámicas pastas A, B, D y E

	A		B	
	Area Relativa (mm/s)	**%**	**Area Relativa (mm/s)**	**%**
Hematita	0.03	11	0.15	31
Fe^{3+}	0.10	33		
Fe^{2+}	0.11	34	0.29	60
Muscovita	0.01	4	0.04	9
Súper paramagnética	0.06	17		
Total	0.25	100	0.48	100

	D		E	
	Area Relativa (mm/s)	**%**	**Area Relativa (mm/s)**	**%**
Hematita	0.13	21	0.27	40
Fe^{3+}			0.32	47
Fe^{2+}	0.35	56	0.09	13
Muscovita	0.15	24		
Total	0.63	100	0.68	100

Con la finalidad de que se observe el efecto súper paramagnético en la muestra A, se tomó el espectro Mössbauer a temperatura de 50 K y 16.5 K. La figura 3.37 muestra el espectro experimental con las líneas de absorción ajustadas; estos espectros fueron tomados a alta velocidad aproximadamente a 10.4 mm/s. La tabla 3.12 recoge los parámetros hiperfinos Mössbauer, calculando luego la relación de fracciones de absorción resonante integrados, tabla 3.14.

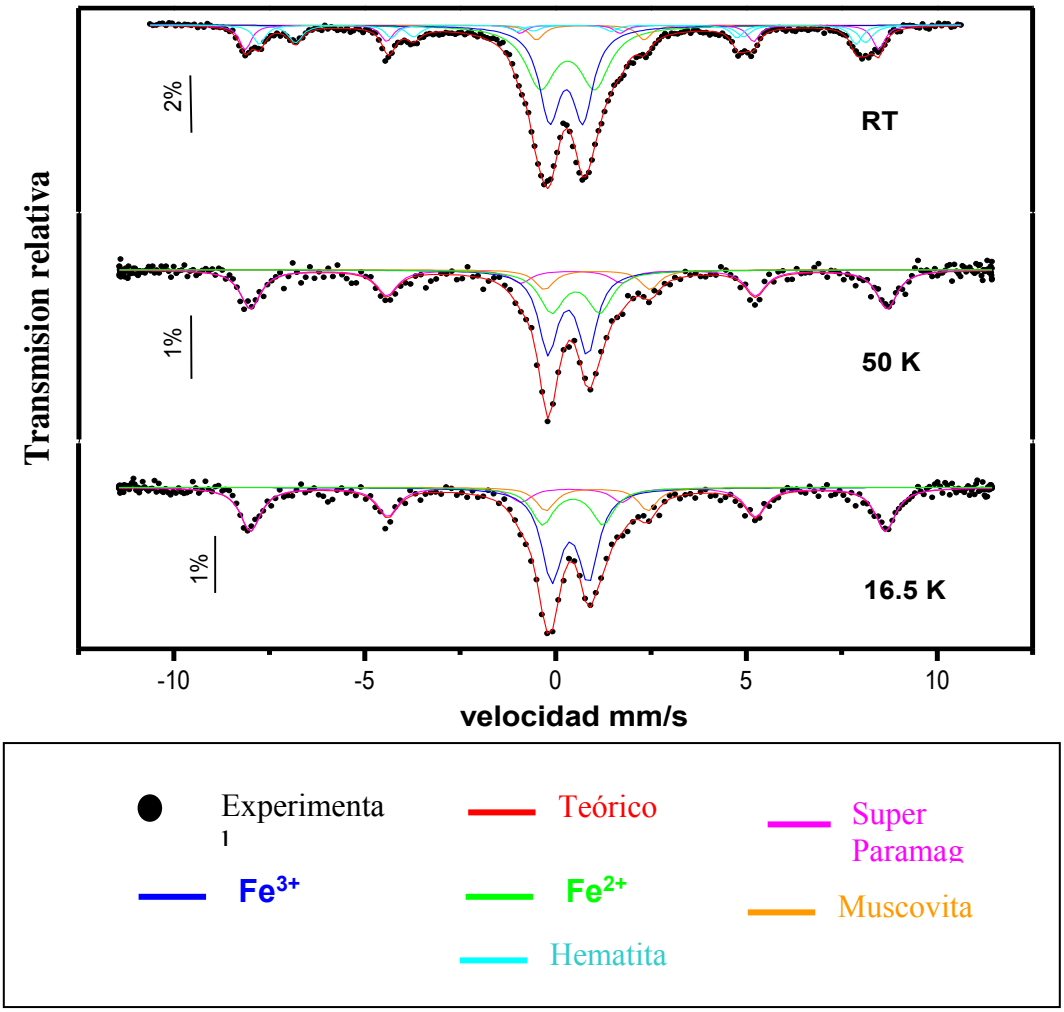


Figura 3.37. Cerámica San Marcos, estilo A. Espectro tomado a alta velocidad con temperaturas de 16.5 K , 50K y RT.

Tabla 3.14. Relación de fracciones de absorción resonante integrados, de la cerámica pasta A, a temperaturas de 16.5 K , 50 K y a RT.

Fase mineralógica	RT		50 k		16.5 k	
	Area Relativa (mm/s)	%	Area Relativa (mm/s)	%	Area Relativa (mm/s)	%
Hematita	0.03	11	0.28	36	0.3	37
Fe $^{3+}$	0.1	33	0.14	22	0.14	17
Fe $^{2+}$	0.11	34	0.36	34	0.3	37
Muscovita	0.01	4	0.06	8	0.8	9
Súper paramagnética	0.06	17				
Total	0.25	100	0.84	100	1.54	100

3.3.3 Análisis por MEB y EDX.

En la figura 3.38 se muestra una vista panorámica tomada con un aumento de 200 veces de la cerámica A, en la cual la línea horizontal es una escala que sirve para identificar el tamaño de grano. Las letras A, B, C, D y E indican los granos que serán analizados con mayor detenimiento en los subsiguientes gráficos. En la tabla 3.14 se muestran los porcentajes de abundancia de los elementos en la muestra cerámica A analizados por EDX.

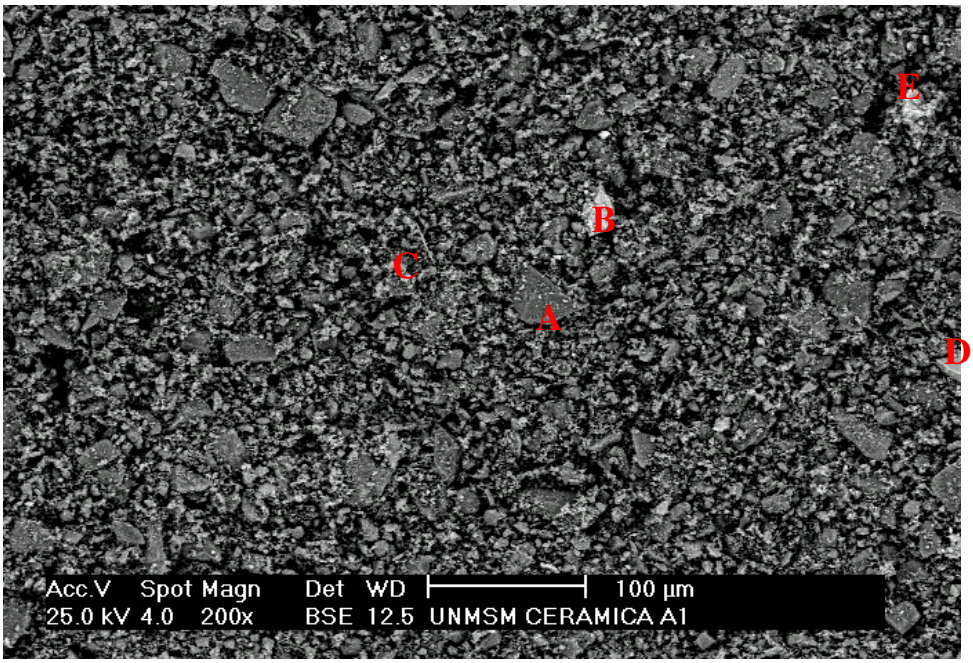


Figura 3.38. Vista panorámica (200x de aumento) de la cerámica A.

La figura 3.39 muestra la morfología del grano A tomada con un aumento de 1900 veces sobre el grano A, muestra A. El tamaño del grano alcanzando es de 30 µm. La composición química de dicho grano tomada con EDX se muestra en la figura 3.40 en la que se observa la presencia de Si y O.

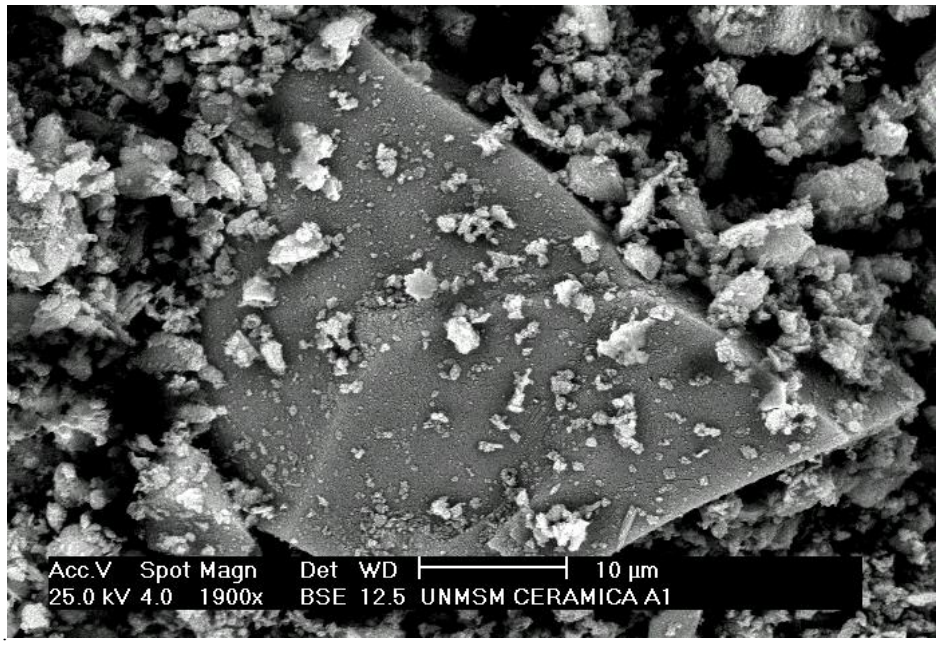


Figura 3.39 Aumento 1900x del grano A de la cerámica A. De un diámetro horizontal aproximado de 30µm.

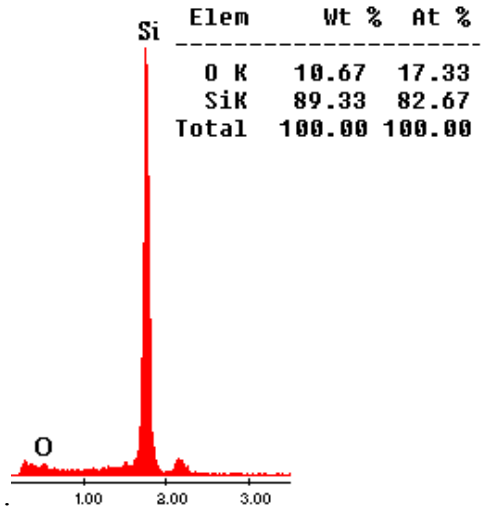


Figura 3.40. Análisis químico por EDX del grano A de la cerámica A

La figura 3.41 muestra la morfología del grano B tomada con un aumento de 2095 veces sobre el grano B, muestra A. El tamaño del grano alcanzando es de 12 µm aproximadamente. La composición química de dicho grano tomada con EDX se muestra en la figura 3.42, donde se observa la presencia de Fe y O.

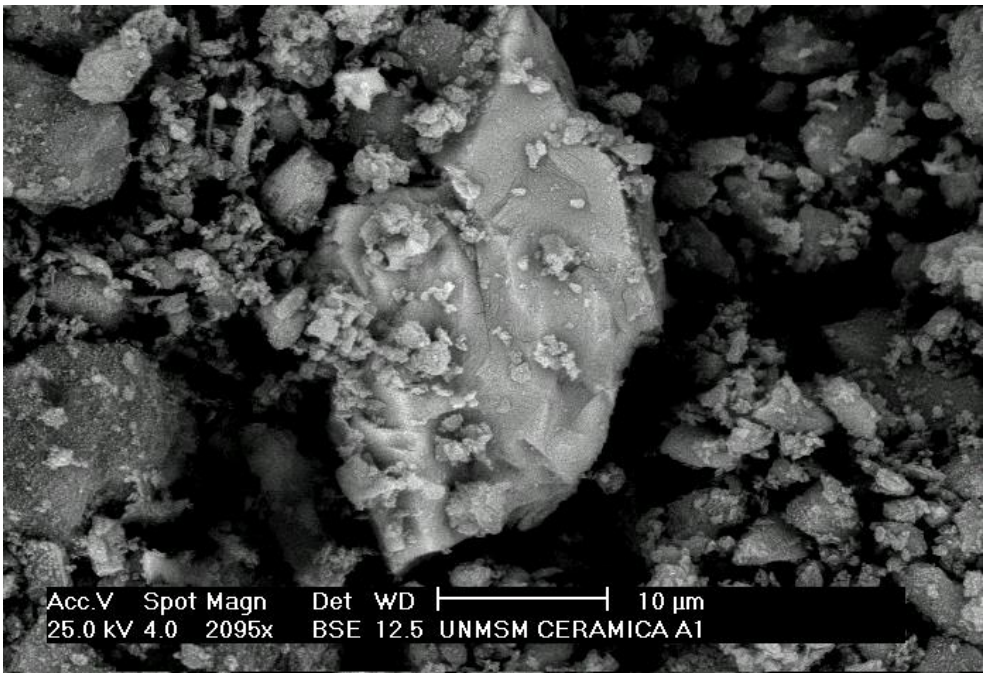


Figura 3.41. Aumento 1600x del grano B de la cerámica A. De un diámetro horizontal aproximado de 12µm.

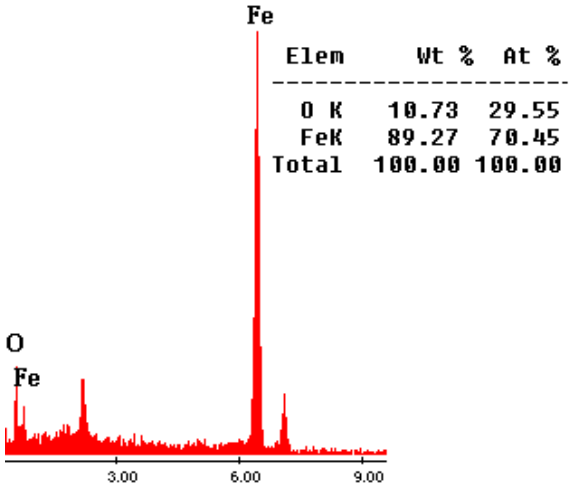


Figura 3.42. Análisis químico por EDX del grano B de la cerámica A.

La figura 3.43 muestra la morfología del grano C tomada con un aumento de 3070 veces sobre el grano C, muestra A. El tamaño del grano alcanzando es de 30 µm aproximadamente. La composición química de dicho grano tomada con EDX se muestra en la figura 3.44, donde se observa la presencia de variados Al, Si, O, Fe, Na, Mg, k, Ti.

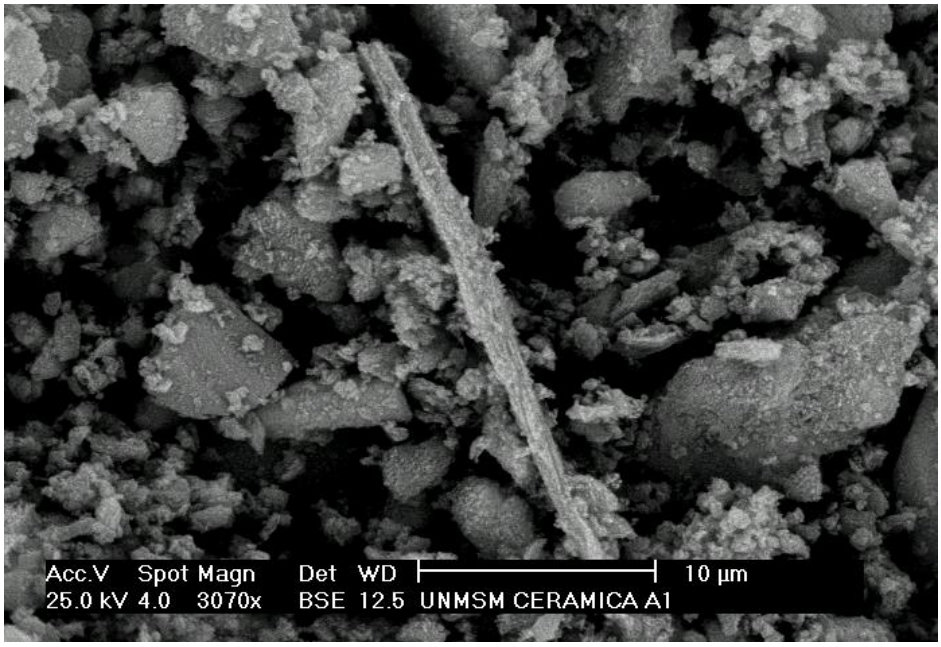


Figura 3.43. Aumento 3070x del grano C de la cerámica A.

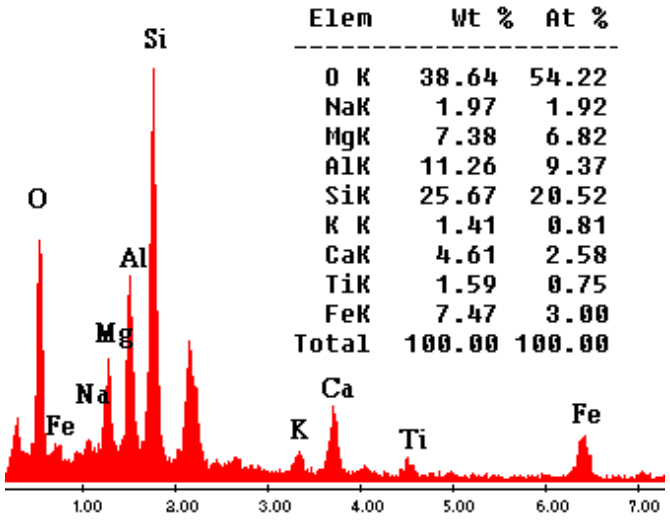


Figura 3.44. Análisis químico del grano C de la cerámica A.

La figura 3.45 muestra la morfología del grano D tomada con un aumento de 2673 veces sobre el grano D, muestra A. El tamaño del grano alcanzando es de 30 µm aproximadamente. La composición química de dicho grano tomada con EDX se muestra en la figura 3.46, donde se observa la presencia Fe, Ti, Mn y O.



Figura 3.45. Aumento 2673x del grano C de la cerámica A. De un diámetro horizontal aproximado de 30 µm

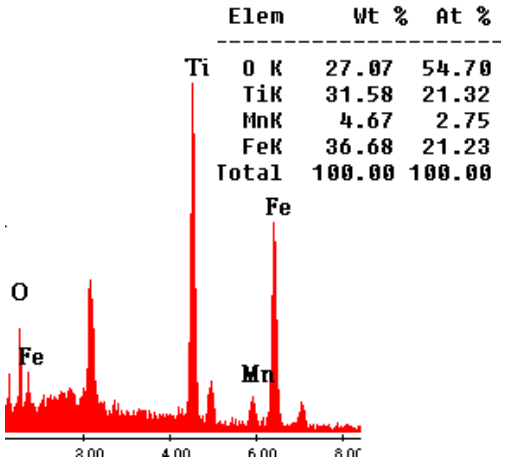


Figura 3.46. Análisis químico del grano D de la cerámica A.

La figura 3.47 muestra la morfología del grano E tomada con un aumento de 3783 veces sobre el grano E, muestra A. El tamaño del grano alcanzando es de 10 µm aproximadamente. La composición química de dicho grano tomada con EDX se muestra en la figura 3.48, donde se observa la presencia de variados Al, Si, Th, K, O y Fe.



Figura 3.47. Aumento 3783x del grano E de la cerámica A.

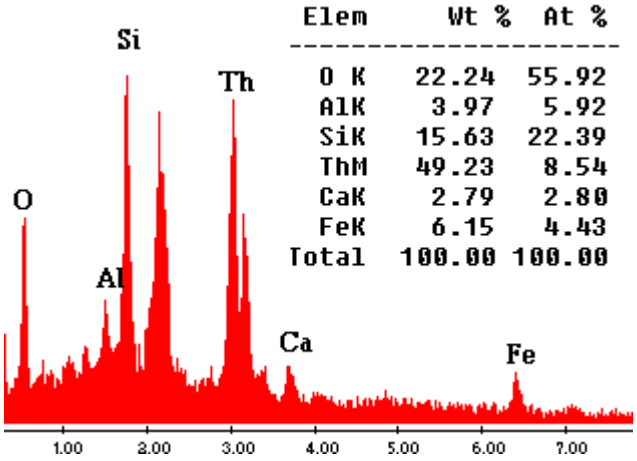


Figura 3.48. Análisis químico del grano E de la cerámica A

Tabla 3.15. Porcentaje de abundancia de los elementos en la muestra cerámica A analizados mediante dispersión de energía.

Cerámica A	O	Al	Si	K	Ca	Fe	Mg	Ti	Na	Mn	Th
GRANO A	10.67%		89.33%								
GRANO B	10.73%					89.27%					
GRANO C	38.64%	11.26%	25.67%	1.41%	4.61%	7.47%	7.38%	1.59%	1.97%		
GRANO D	27.07%					36.68%		31.58%		4.67%	
GRANO E	22.24%	3.97%	15.63%		2.79%	6.15%	2.47%				49.23%

3.4 Resultados del análisis mineralógico por difracción de rayos X.

Tabla 3.16 Resultados mineralógicos por difracción de rayos X.

Fase Mineralógica Nro. De PDF	Quartz 05-0490	Albita ord. 1 19-1184	Albita ord. 2 20-0554	Albita 01-0739	Anorthita Na ord 20-0528	Pb Iodide 73-1752	Hematita 33-0664	Magnetita 19-0629
G1	X	X	X	X	X	X	X	
G2	X	X	X	X	X	X	X	
G3	X	X	X	X	X	X	X	
G4	X	X	X	X	X	X	X	
G5	X	X	X	X	X	X	X	
G6	X	X	X	X	X	X	X	
G7	X	X	X	X	X	X	X	
G8	X	X	X	X	X	X	X	
G9	X	X	X	X	X	X	X	
G10	X	X	X	X	X	X	X	
G11	X	X	X	X	X	X	X	
G12	X	X	X	X	X	X	X	
P1	X	X	X	X	X	X	X	
P2	X	X	X	X	X	X	X	
A	X		X	X				X
B	X		X	X	X		X	
D	X		X	X		X	X	
E	X		X	X			X	

3.5 Resultados del análisis del análisis químico EDX.

Tabla 3.17 Resultados del análisis químico por EDX.

Cerámica G1

	O	Al	Si	K	Ca	Fe	Pb	Cl	Mg	Ti	Na	Mn	Th
GRANO A	37.18%	8.94%	46.91%	1.79%	1.17%	4.00%							
GRANO B	29.19%	2.48%	68.33%										
GRANO C	3.81%		96.19%										
GRANO D	12.35%	4.45%	13.94%				57.35%	4.91%					

Cerámica G2

	O	Al	Si	K	Ca	Fe	Pb	Cl	Mg	Ti	Na	Mn	Th
GRANO A	26.19%		73.81%										
GRANO B	34.31%	10.20%	46.53%	2.59%		3.71%			1.42%	1.24%			
GRANO C	35.66%		64.34%										
GRANO D	30.23%	19.37%	38.32%	4.19%	0.64%	4.79%			2.47%				

Cerámica A1

	O	Al	Si	K	Ca	Fe	Pb	Cl	Mg	Ti	Na	Mn	Th
GRANO A	10.67%		89.33%										
GRANO B	10.73%					89.27%							
GRANO C	38.64%	11.26%	25.67%	1.41%	4.61%	7.47%			7.38%	1.59%	1.97%		
GRANO D	27.07%					36.68%				31.58%		4.67%	
GRANO E	22.24%	3.97%	15.63%		2.79%	6.15%			2.47%				49.23%

Cerámica P1

	O	Al	Si	K	Ca	Fe	Pb	Cl	Mg	Ti	Na	Mn	Th
GRANO A	33.77%	17.01%	38.23%	0.86%	5.66%						4.47%		
GRANO B	10.54%					89.46%			1.42%	1.24%			
GRANO C	10.09%	5.79%	22.50%	5.17%			51.40%						
GRANO D	13.75%	8.43%	31.63%	9.31%			36.88%						

CONCLUSIONES

En este trabajo se presenta un análisis extensivo de la caracterización de trozos cerámicos, usando técnicas físicas. Dichas piezas fueron encontradas en la "Huaca San Marcos" y pertenecen a la época Wari (600-1100 d.C.), horizonte medio estilo Pachacamac. El estudio sobre las fases mineralógicas de las muestras fue hecho con EM y DR-X. y se complemento el estudio a través de la microscopía electrónica de barrido (MEB) y micro análisis por EDX, encontrándose con cada una de estas técnicas los siguientes resultados:

1.- El MEB y EDX, identificó en la muestra G1 y G2 la existencia de Si y O; Al acompañado de k, Ca, Cl, Ti, Mg. Además se visualizó la presencia de Pb y Fe. Los mismos elementos fueron encontrados en el tiesto P1.

Para la muestra A, se encontró Si y O; Al acompañado de K, Ca, Mg, Ti y a diferencia de lo encontrado en las anteriores muestras, se observó Mn, Th y una importante cantidad de Fe.

2.- Mediante DRX, se visualizó en todos los difractogramas la presencia de Cuarzo (20-0490) en grandes cantidades. Además, se observó la presencia de albita (01-0739), albita ordenada (19-1184, 20-0554), anorthita sodio orenada (20-0528), plomo lodide (73-1752) y hematita (33-0664); ratificándose los mismos elementos en la muestra llamada P1 y P2.

En el caso de las muestras A, B, D, E se encontró un gran porcentaje de Cuarzo (20-0490); pero a diferencia de las anteriores muestras G y P se detectó magnetita (19-0629).

3.- Los resultados obtenidos en el EM pudieron confirmar la presencia de Fe, en la forma de: hematita, Fe^{2+}, Fe^{3+} y muscovita. Al respecto, obtener datos a bajas temperaturas por esta técnica sirvieron para confirmar la presencia de arcillas en estado superparamagnético, pudiéndose así clasificar claramente cada una de éstas a bajas temperaturas, como también visualizar su comportamiento.

Las seis muestras G analizadas con EM a temperatura ambiente mostraron los mismos elementos: hematita, Fe^{2+} y Fe^{3+}. Ratificándose los resultados de la muestra P.

En la muestra G se identificó Fe^{2+} y Fe^{3+}, además de hematita en su estado normal y superparamagnetico; se observó el crecimiento en el área del 10% a una temperatura de 16.5 K.

En la muestra A se identificó Fe^{2+}, Fe^{3+}y muscovita; además de hematita en su estado normal y superparamagnetico; teniendo esta un crecimiento aproximado en el área de un 15% a las temperaturas a 16.5 y 50 K.

En la muestra B, los parámetros hiperfinos mostraron la presencia de Fe^{3+} en grandes cantidades, además de hematita y muscovita. En la muestra D, se presentan Fe^{3+} con una presencia del 50% , además de muscovita y hematita. En cambio, en la muestra E se vio una composición similar a las fases mineralógicas encontradas en las muestras G y P.

4.- La presente monografía muestra que la composición química en la cerámica encontrada en Huaca San Marcos (estilo Wari) y las del Santuario de Pachacamac del mismo estilo son similares. Probablemente entre los pobladores del Horizonte Medio y Periodo Intermedio Tardío se mantuvo contactos culturales, dándose entre ellos rutas de intercambio.

BIBLIOGRAFIA

[1] BUSTAMANTE, A., "La Espectroscopía Mössbauer",

Tesis para obtener el grado académico de bachiller en Física (1975) UNMSM

[2] COEY, R. Bouchez, N.V. Dang; "Ancient Techniques"

Symposium MAGNETISM IN ARCHAELOGY

[3] COHEN. Richard L; *Application of Mossbauer Spectroscopy* ,

vol. I , Academic Press (1976)

[4] CULLITY B.D. *Elements of x-ray difraction*.

Masachussets , Ed. Addison Wesley, (1978) 2da. edición.

[5] GANCEDO, J. R., M. GRACIA and A. HERNÁNDEZ. *J.de Phys*.,C1,41(1980)401.

[6] JENKYNS Ron,, Robert L SNYDER. *Introduction to X-Ray Powder Difractometry,*

A Wiley – Interscien publication- 1996

[7] MABUCHI, Tominaga. Characterization of ancient Japanes roofing tiles by ^{57}Fe Mossbauer spectroscpy. Archeometry, 20, 2(1978).

[8] MONTOYA, ZAPATA, MENDOZA. *Study of the production and distribution of middle horizon pottery of Cuzco, Perú by* k_o *ion – based instrumental neutron activation analysis.*

[9] ONTALBA, RUVALCABA, BUCIO, MANZANILLA, MIRANDA

Ion beam analysis of pottery from Teotihuacan, Mexico

[10] ORTIZ, LAZOS, RUVALCABA.*Interdisciplinary Approach for the analysis of Pottery from the Caxonos River BasiN*, Instituto de Investigaciones Antropológicas. Oaxaca Instituto de Física, UNAM

[11] PEÑA RODRÍGUEZ, Víctor, Cátedra del curso de Espectrometría de Rayos-X UNMSM, ciclo 1-2002

[12] PEÑA RODRÍGUEZ, Víctor, *Cátedra del curso de Espectroscopia Mosbauer*, UNMSM, ciclo 2, 2002

[13] RUVALCABA, ONTALBA, MANZANILLA, MIRANDA, CAÑETAS, LOPEZ. *Caracterization of pre – Hispanic pottery from Teotihuacan, Mexico, by a combined PIXE – RBS and XRD analysis*

[14] SHIMADA, Izumi; *Tecnología y organización de la producción Prehispánica en los Andes*, Pontificia Universidad Católica del Perú, Fondo Editorial (1994)

[15] STEVENS, John, Airat KHASANOV, J.W.MILLER, Hernan POLLAK, Zhe LI "Mössbauer Mineral Handbook ", 1998.

[16] TORRES TAPIA, E,"Aplicaciones de la Espectroscopía Mössbauer en Mineralogía", tesis para obtener el título de Licenciatura (1980) UNMSM.

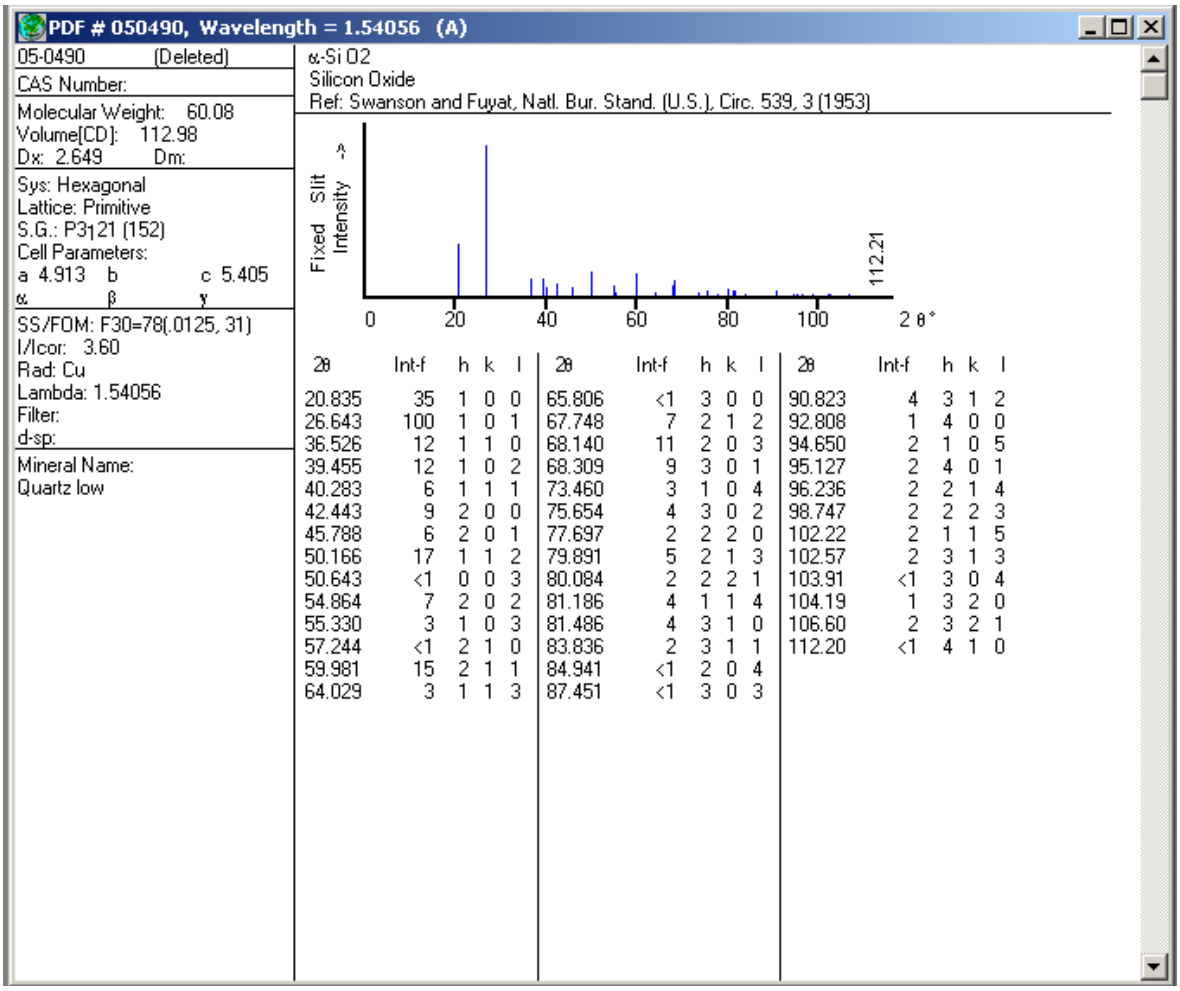
[17] ZUSSMAN;, J *Physical methods in determinate mineralogy*

Academic Press Inc., New York 1997

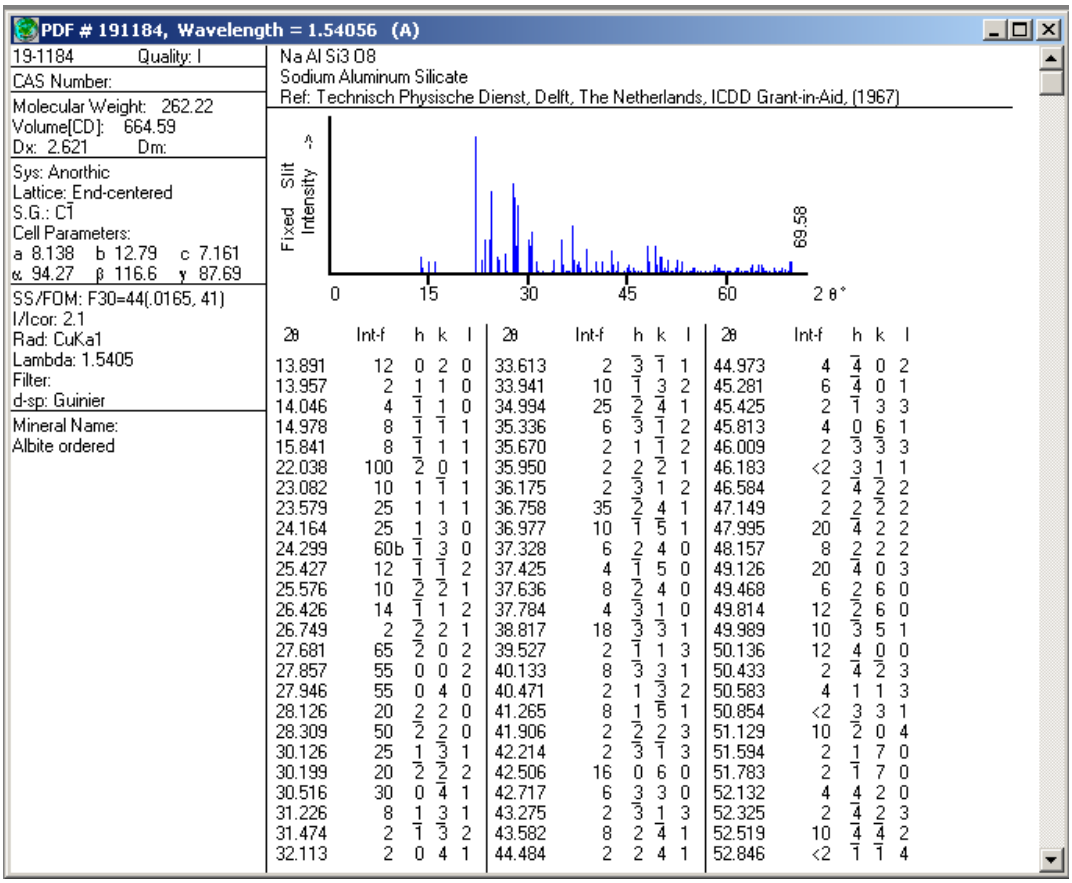
[18] ZEBALLOS VELASQUEZ, Elvira., "Métodos de análise de fases cristalinas por difração de raios X", Tesis para obtener el grado Magister en Física (1990) UNICAMP

ANEXO

PDF numero: 05-0490
Elemento: Cuarzo

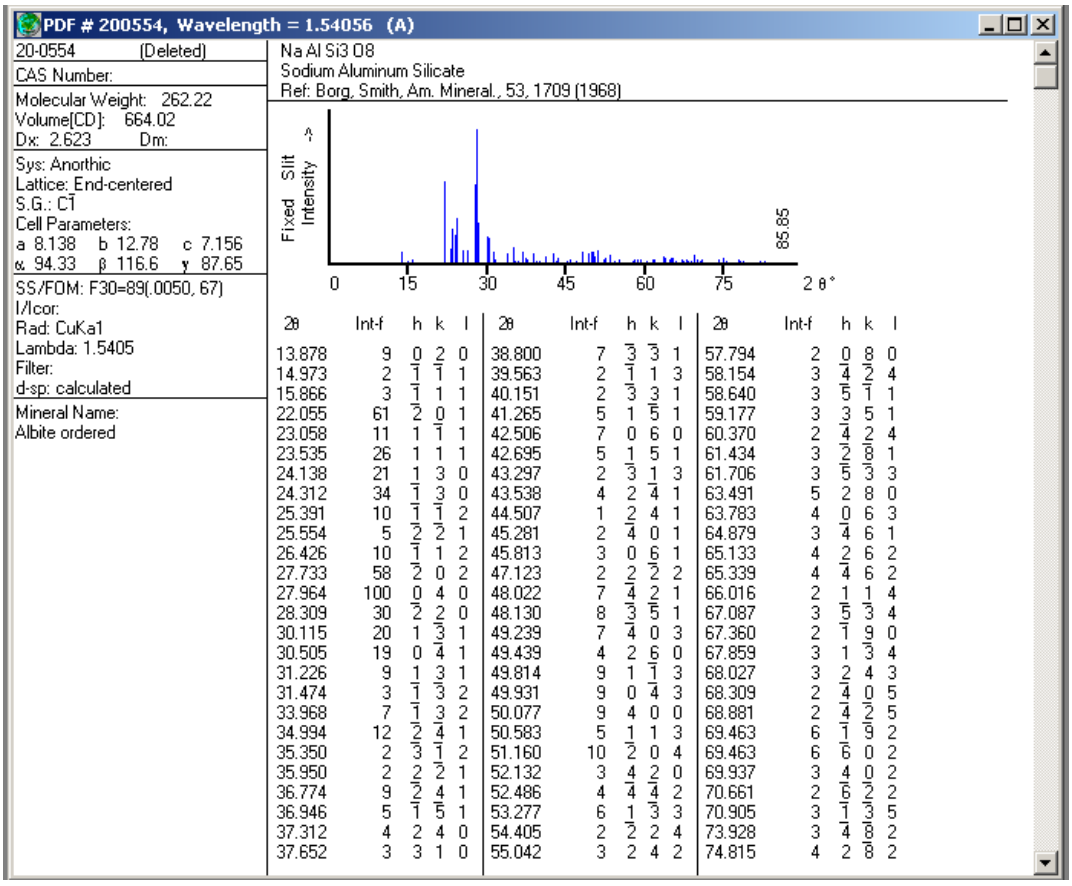


PDF numero: 19-1184
Elemento: Albita ordenada tipo 1

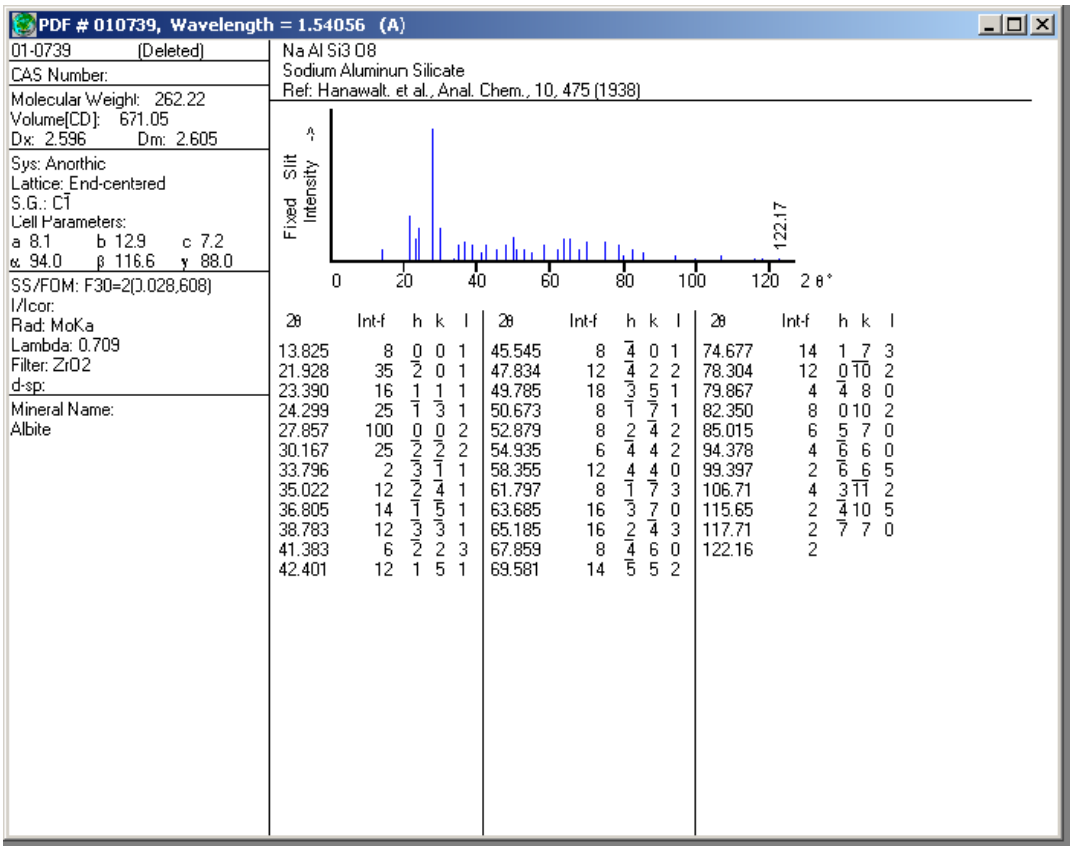


2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
13.891	12	0	2	0	33.613	2	$\bar{3}$	$\bar{1}$	1	44.973	4	$\bar{4}$	0	2
13.957	2	1	1	0	33.941	10	$\bar{1}$	3	2	45.281	6	$\bar{4}$	0	1
14.046	4	$\bar{1}$	1	0	34.994	25	$\bar{2}$	$\bar{4}$	1	45.425	2	$\bar{1}$	3	3
14.978	8	$\bar{1}$	$\bar{1}$	1	35.336	6	3	$\bar{1}$	2	45.813	4	0	6	1
15.841	8	$\bar{1}$	1	1	35.670	2	1	$\bar{1}$	2	46.009	2	$\bar{3}$	3	3
22.038	100	$\bar{2}$	0	1	35.950	2	2	$\bar{2}$	1	46.183	<2	3	1	1
23.082	10	1	$\bar{1}$	1	36.175	2	3	1	2	46.584	2	$\bar{4}$	$\bar{2}$	2
23.579	25	1	1	1	36.758	35	$\bar{2}$	4	1	47.149	2	2	$\bar{2}$	2
24.164	25	1	3	0	36.977	10	$\bar{1}$	5	1	47.995	20	$\bar{4}$	2	2
24.299	60b	$\bar{1}$	3	0	37.328	6	2	4	0	48.157	8	2	2	2
25.427	12	$\bar{1}$	$\bar{1}$	2	37.425	4	$\bar{1}$	5	0	49.126	20	$\bar{4}$	0	3
25.576	10	$\bar{2}$	$\bar{2}$	1	37.636	8	$\bar{2}$	4	0	49.468	6	2	6	0
26.426	14	$\bar{1}$	1	2	37.784	4	$\bar{3}$	1	0	49.814	12	$\bar{2}$	6	0
26.749	2	$\bar{2}$	2	1	38.817	18	$\bar{3}$	$\bar{3}$	1	49.989	10	$\bar{3}$	5	1
27.681	65	$\bar{2}$	0	2	39.527	2	$\bar{1}$	1	3	50.136	12	$\bar{4}$	0	0
27.857	55	0	0	2	40.133	8	$\bar{3}$	3	1	50.433	2	$\bar{4}$	$\bar{2}$	3
27.946	55	0	4	0	40.471	2	1	$\bar{3}$	2	50.583	4	1	1	3
28.126	20	$\bar{2}$	2	0	41.265	8	1	$\bar{5}$	1	50.854	<2	$\bar{3}$	3	1
28.309	50	$\bar{2}$	$\bar{2}$	0	41.906	2	$\bar{2}$	$\bar{2}$	3	51.129	10	$\bar{2}$	0	4
30.126	25	$\bar{1}$	$\bar{3}$	1	42.214	2	$\bar{3}$	$\bar{1}$	3	51.594	2	$\bar{1}$	7	0
30.199	20	$\bar{2}$	$\bar{2}$	2	42.506	16	0	6	0	51.783	2	$\bar{1}$	7	0
30.516	30	0	$\bar{4}$	1	42.717	6	$\bar{3}$	3	0	52.132	4	$\bar{4}$	2	0
31.226	8	$\bar{1}$	$\bar{3}$	1	43.275	2	$\bar{3}$	1	3	52.325	2	$\bar{4}$	$\bar{2}$	3
31.474	2	$\bar{1}$	$\bar{3}$	2	43.582	8	2	$\bar{4}$	1	52.519	10	$\bar{4}$	$\bar{4}$	2
32.113	2	0	4	1	44.484	2	2	4	1	52.846	<2	$\bar{1}$	$\bar{1}$	4

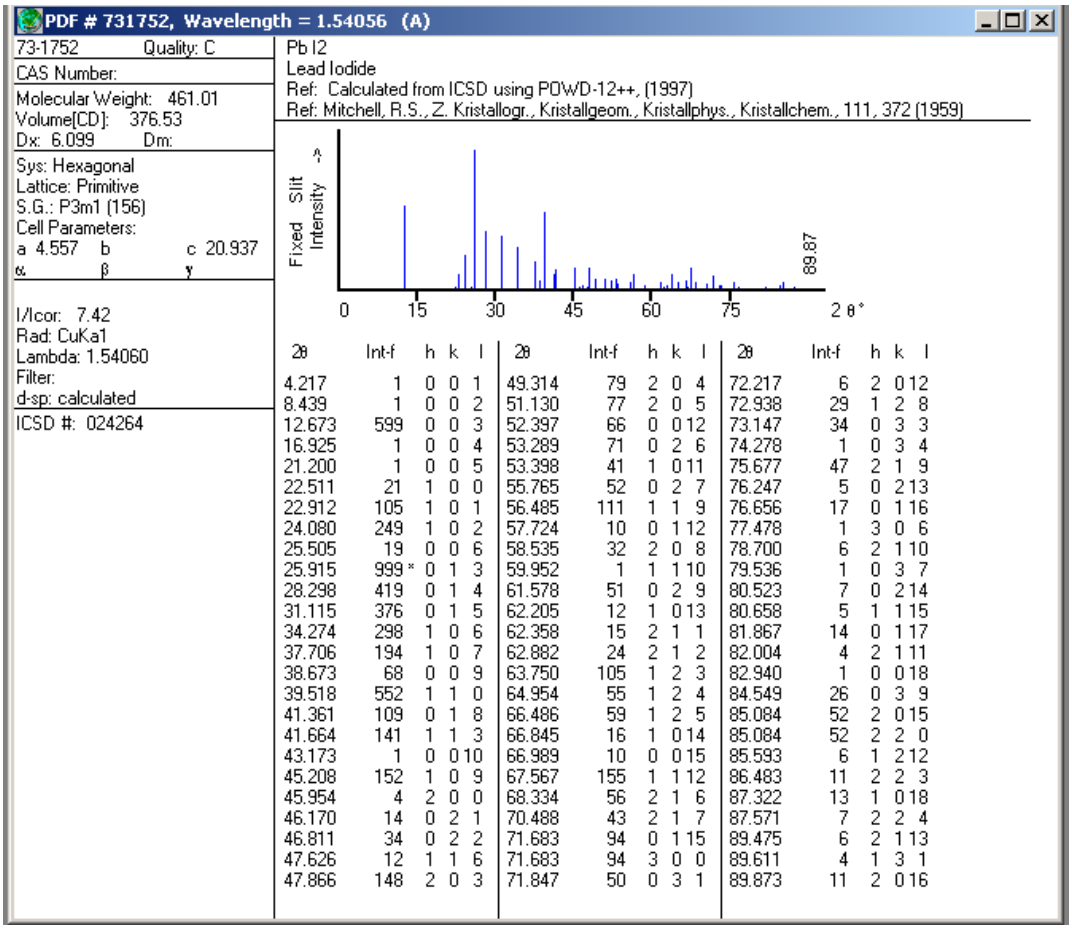
PDF numero: 20-0554
Elemento: Albita ordenada tipo 2



PDF numero: 01-0739
Elemento: Albita

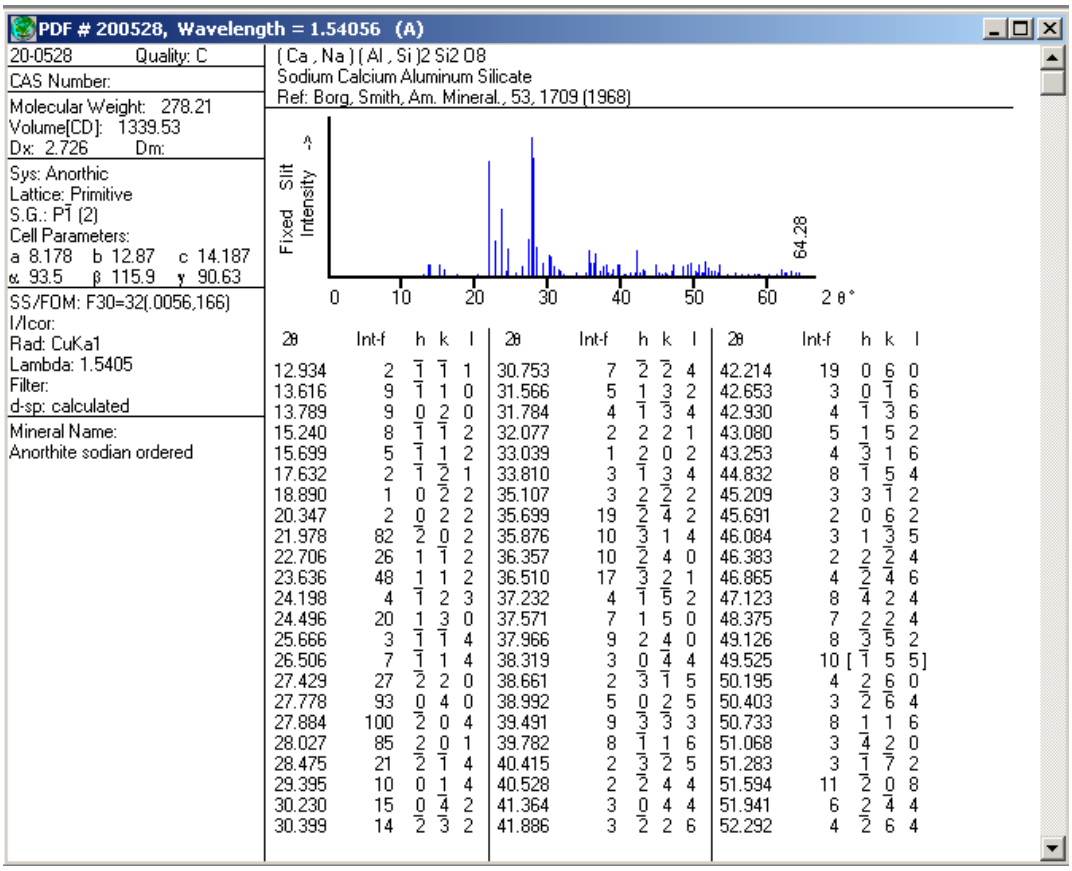


PDF numero: 73-1752
Elemento: Plomo Lodide



2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
4.217	1	0	0	1	49.314	79	2	0	4	72.217	6	2	0	12
8.439	1	0	0	2	51.130	77	2	0	5	72.938	29	1	2	8
12.673	599	0	0	3	52.397	66	0	0	12	73.147	34	0	3	3
16.925	1	0	0	4	53.289	71	0	2	6	74.278	1	0	3	4
21.200	1	0	0	5	53.398	41	1	0	11	75.677	47	2	1	9
22.511	21	1	0	0	55.765	52	0	2	7	76.247	5	0	2	13
22.912	105	1	0	1	56.485	111	1	1	9	76.656	17	0	1	16
24.080	249	1	0	2	57.724	10	0	1	12	77.478	1	3	0	6
25.505	19	0	0	6	58.535	32	2	0	8	78.700	6	2	1	10
25.915	999 *	0	1	3	59.952	1	1	1	10	79.536	1	0	3	7
28.298	419	0	1	4	61.578	51	0	2	9	80.523	7	0	2	14
31.115	376	0	1	5	62.205	12	1	0	13	80.658	5	1	1	15
34.274	298	1	0	6	62.358	15	2	1	1	81.867	14	0	1	17
37.706	194	1	0	7	62.882	24	2	1	2	82.004	4	2	1	11
38.673	68	0	0	9	63.750	105	1	2	3	82.940	1	0	0	18
39.518	552	1	1	0	64.954	55	1	2	4	84.549	26	0	3	9
41.361	109	0	1	8	66.486	59	1	2	5	85.084	52	2	0	15
41.664	141	1	1	3	66.845	16	1	0	14	85.084	52	2	2	0
43.173	1	0	0	10	66.989	10	0	0	15	85.593	6	1	2	12
45.208	152	1	0	9	67.567	155	1	1	12	86.483	11	2	2	3
45.954	4	2	0	0	68.334	56	2	1	6	87.322	13	1	0	18
46.170	14	0	2	1	70.488	43	2	1	7	87.571	7	2	2	4
46.811	34	0	2	2	71.683	94	0	1	15	89.475	6	2	1	13
47.626	12	1	1	6	71.683	94	3	0	0	89.611	4	1	3	1
47.866	148	2	0	3	71.847	50	0	3	1	89.873	11	2	0	16

PDF numero: 20-0558
Elemento: Anortita Sodio ordenada



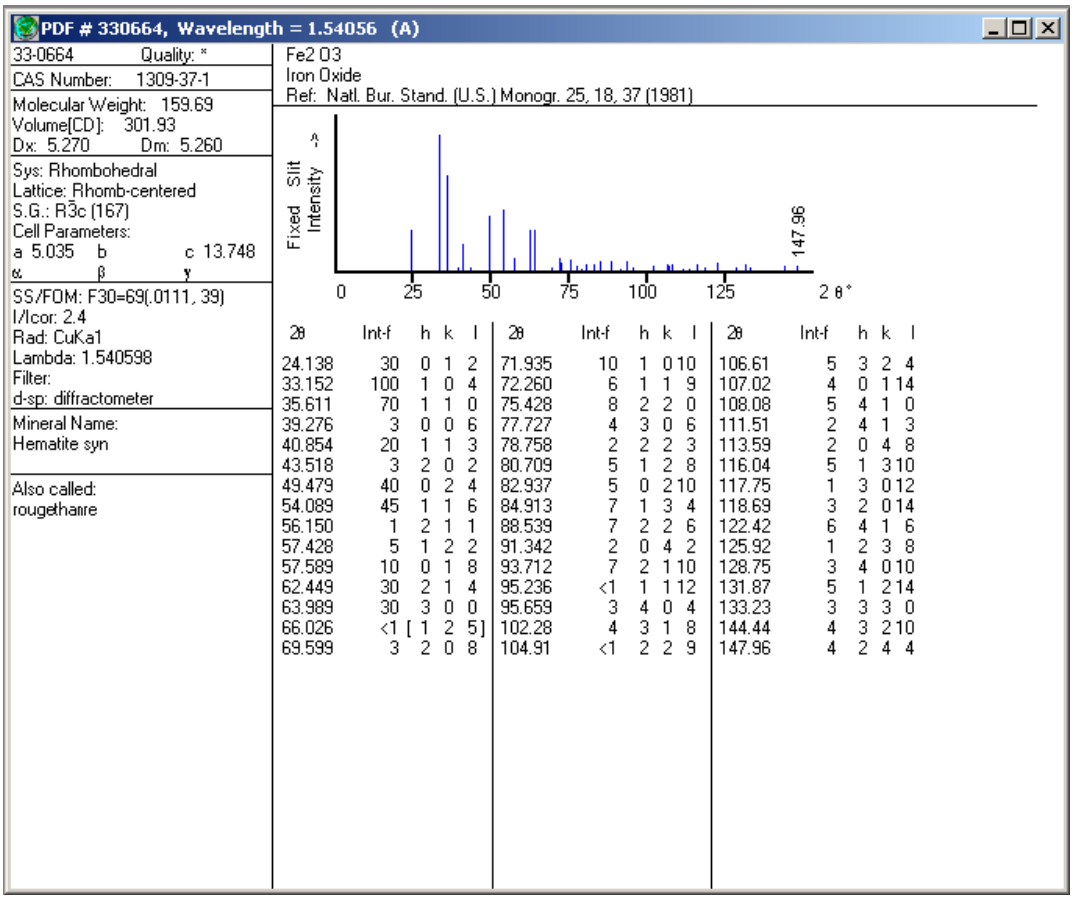
PDF # 200528, Wavelength = 1.54056 (A)

20-0528 Quality: C
CAS Number:
Molecular Weight: 278.21
Volume[CD]: 1339.53
Dx: 2.726 Dm:
Sys: Anorthic
Lattice: Primitive
S.G.: P$\bar{1}$ (2)
Cell Parameters:
a 8.178 b 12.87 c 14.187
α 93.5 β 115.9 γ 90.63
SS/FOM: F30=32(.0056,166)
I/Icor:
Rad: CuKa1
Lambda: 1.5405
Filter:
d-sp: calculated
Mineral Name:
Anorthite sodian ordered

(Ca , Na) (Al , Si)2 Si2 O8
Sodium Calcium Aluminum Silicate
Ref: Borg, Smith, Am. Mineral., 53, 1709 (1968)

2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
12.934	2	$\bar{1}$	$\bar{1}$	1	30.753	7	$\bar{2}$	$\bar{2}$	4	42.214	19	0	$\bar{6}$	0
13.616	9	$\bar{1}$	1	0	31.566	5	1	$\bar{3}$	2	42.653	3	0	$\bar{1}$	6
13.789	9	0	$\bar{2}$	0	31.784	4	$\bar{1}$	$\bar{3}$	4	42.930	4	$\bar{1}$	$\bar{3}$	6
15.240	8	$\bar{1}$	$\bar{1}$	2	32.077	2	2	2	1	43.080	5	1	5	2
15.699	5	$\bar{1}$	1	2	33.039	1	2	0	2	43.253	4	$\bar{3}$	1	6
17.632	2	$\bar{1}$	$\bar{2}$	1	33.810	3	$\bar{1}$	$\bar{3}$	4	44.832	8	$\bar{1}$	$\bar{5}$	4
18.890	1	0	$\bar{2}$	2	35.107	3	$\bar{2}$	$\bar{2}$	2	45.209	3	3	$\bar{1}$	2
20.347	2	0	2	2	35.699	19	$\bar{2}$	$\bar{4}$	2	45.691	2	0	$\bar{6}$	2
21.978	82	$\bar{2}$	0	2	35.876	10	$\bar{3}$	1	4	46.084	3	1	$\bar{3}$	5
22.706	26	1	$\bar{1}$	2	36.357	10	$\bar{2}$	4	0	46.383	2	$\bar{2}$	$\bar{2}$	4
23.636	48	$\bar{1}$	1	2	36.510	17	$\bar{3}$	2	1	46.865	4	$\bar{2}$	$\bar{4}$	6
24.198	4	$\bar{1}$	2	3	37.232	4	$\bar{1}$	$\bar{5}$	2	47.123	8	$\bar{4}$	2	4
24.496	20	1	$\bar{3}$	0	37.571	7	1	5	0	48.375	7	$\bar{2}$	$\bar{2}$	4
25.666	3	$\bar{1}$	$\bar{1}$	4	37.966	9	2	$\bar{4}$	0	49.126	8	$\bar{3}$	$\bar{5}$	2
26.506	7	$\bar{1}$	1	4	38.319	3	0	$\bar{4}$	4	49.525	10 [	$\bar{1}$	5	5]
27.429	27	$\bar{2}$	2	0	38.661	2	$\bar{3}$	$\bar{1}$	5	50.195	4	$\bar{2}$	$\bar{6}$	0
27.778	93	0	4	0	38.992	5	0	$\bar{2}$	5	50.403	3	$\bar{2}$	$\bar{6}$	4
27.884	100	$\bar{2}$	0	4	39.491	9	$\bar{3}$	$\bar{3}$	3	50.733	8	$\bar{1}$	1	6
28.027	85	$\bar{2}$	0	1	39.782	8	$\bar{1}$	1	6	51.068	3	$\bar{4}$	$\bar{2}$	0
28.475	21	$\bar{2}$	$\bar{1}$	4	40.415	2	$\bar{3}$	$\bar{2}$	5	51.283	3	$\bar{1}$	$\bar{7}$	2
29.395	10	0	1	4	40.528	2	$\bar{2}$	4	4	51.594	11	$\bar{2}$	0	8
30.230	15	0	$\bar{4}$	2	41.364	3	0	4	4	51.941	6	$\bar{2}$	$\bar{4}$	4
30.399	14	$\bar{2}$	$\bar{3}$	2	41.886	3	$\bar{2}$	2	6	52.292	4	$\bar{2}$	6	4

PDF numero: 33-0664
Elemento: Hematita



PDF numero: 19-0629
Elemento: Magnetita

