



INFORME DE RESULTADOS:

Análisis composicional de muestras de estuco Maya provenientes del Sitio Arqueológico La Corona, Petén, Guatemala.

Elaborado por: Licda. Andrea María Sandoval Molina
Centro de Investigaciones Arqueológicas y Antropológicas, Instituto de Investigaciones,
Universidad del Valle de Guatemala
Con el apoyo del Centro de Investigación y Desarrollo, Cementos Progreso S.A.

I. Introducción

"El estuco es un revestimiento que era utilizado en las construcciones mesoamericanas precolombinas, en el caso de Guatemala en las tierras bajas, para dar los acabados de superficie de las estructuras, decorar los interiores e impermeabilizar los pisos y techos. Las transformaciones químicas de la piedra caliza, necesarias para la elaboración del estuco son: la descomposición de la roca caliza mediante un proceso de cocción para obtener óxido de calcio (cal viva). Luego se le hace reaccionar con agua para producir hidróxido de calcio (cal apagada), que es el material que se utiliza como elemento de construcción, mezclado con arena, y que recibe el nombre de estuco. Al quedar expuesto al ambiente, este material fragua al incorporar el dióxido de carbono atmosférico y vuelve a formar carbonato de calcio (Barba et. al. 1996) (Barba, Luis y Córdova, 1999). En la publicación sobre estudios energéticos de la producción de cal, realizada por Luis Barba y José Luis Córdova, se indica que la composición genérica de un aplanado (o piso hecho de estuco) es alrededor de un 80% de carbonato de calcio y un 20% de arena mezclada con hidróxido de calcio (Barba, Luis y Córdova, 1999)." (Sandoval, Andrea, 2014)

Estudios realizados anteriormente, en el Sitio Arqueológico La Corona, hacen hincapié en la alta calidad de la piedra caliza (de apariencia amarillenta) que se cree que utilizaba para elaborar el estuco, las estelas y los páneles que se han encontrado en el Sitio. La alta calidad de los mismos se comprueba por los altos niveles de conservación de los materiales lo cual hace, para el caso de las estelas, que éstas puedan leerse a la perfección en la actualidad; a diferencia de las que se han encontrado en otros sitios arqueológicos. Es por esto que, investigar a cerca de la calidad de los materiales elaborados a base de piedra caliza cobre gran interés para El Proyecto Arqueológico Regional La Corona.

El objetivo principal de los análisis químicos que se realizaron a las muestras de estuco, provenientes del Sitio Arqueológico a la Corona y del Sitio Arqueológico La Cariba, era hacer una prueba piloto para determinar si los equipos y la metodología desarrollada en la empresa privada: Cementos Progreso S.A. es adecuada para realizar estudios posteriores sobre la calidad del estuco del Sitio y por ende sobre la calidad y pureza de la materia prima (piedra caliza).

Las técnicas utilizadas para realizar los siguientes análisis químicos son Difracción de Rayos X, Fluorescencia de Rayos X y Termo Gravimetría.

II. Objetivo

Realizar una prueba piloto utilizando la metodología y las técnicas químicas disponibles en Cementos Progreso S.A. para recopilar información composicional tanto química como mineralógica de muestras de estuco provenientes del Sitio Arqueológico La Corona y del Sitio Arqueológico La Cariba.

III. Conceptos

- Difracción de Rayos X: Técnica que se basa en la difracción de Rayos X para **determinar las fases minerales** (estructuras cristalinas de la materia, como lo son la calcita (CaCO3) y la dolomita (CaMg(CO₃)₂) a través de sus patrones característicos de difracción (difracto gramas).
- Fluorescencia de Rayos X: Técnica que se basa en la fluorescencia de Rayos X secundarios emitidos por la materia al ser excitada previamente con Rayos X de alta energía; con el fin de obtener un análisis elemental de la materia. Por ejemplo, la determinación la composición de elementos a través de la cuantificación de los óxidos asociados a los mismos.
- Análisis termo-gravimétrico (TGA): Técnica que se basa en la medición de la diferencia de masa de la materia en función del incremento de la temperatura. En éste caso se utilizó para corroborar la cantidad de calcita y dolomita a través de la cuantificación de la diferencia de masa aducida a la pérdida de dióxido de carbono en la muestra (CO₂), proveniente del carbonato (CO₃)-2.

IV. Metodología

Para llevar a cabo el análisis composicional de los estucos provenientes del Sitio Arqueológico La Corona y del Sitio Arqueológico La Cariba; se utilizaron las técnicas XRD, XRF, TGA y FTIR (ver Cuadro No. 1).

Las muestras fueron analizadas en el Laboratorio de Investigación y Desarrollo de la empresa: Cementos Progreso S.A. con los métodos desarrollados previamente por el Laboratorio Químico de la Institución.

Cuadro No. 1 "Metodología utilizada para el análisis químico composicional de estuco y rocas de origen calcáreo."

Muestra	Origen	Técnica	Siglas	Equipo	Preparación de muestra	Metodología
		Difracción de Rayos X/ X Ray Difraction	DRX/XRD	Marca: PANalytical Modelo: EMPYREAN	Molienda: Molino de Discos.	Pastilla: prensada Método: "Materia prima 4 minutos".
Rocas de origen calcáreo y Estuco	Sitio Arqueológico: La Corona/La Cariba	Fluorescencia de Rayos X/X Ray Fluorescence	FRX/XRF	Marca: Termo Electron Corporation Modelo: ARL OPTIM'X	Marca: Herzog Modelo: HSM 100P Pasa tamiz: de	Pastilla: fundida Método: "Óxidos generales."
		Análisis Termo- gravimétrico/Thermo Gravimetric Analysis	ATG/TGA	Marca: Mettler Toledo Modelo: TGA1 STARe System	0.0029 pulgadas.	-

*Realizado por: Laboratorio de Análisis y Servicios, S.A.

Cuadro No. 2 "Muestras analizadas durante las pruebas."

Sitio Arqueológico de Procedencia	Material	Muestra	Sub muestra*
		CR-210-2	-
			-
La Corona	estuco	CR-200-3	CR-200-3-(1)
			CR-200-3-(2)
		CR-31B-10-3-5	-
			LC-2A-4-2-(1)
		LC-2A-4-2	LC-2A-4-2-(2)
			LC-2A-4-2-(3)
			LC-2A-2-5-(1)**
La Cariba	estuco	LC-2A-2-5	LC-2A-2-5-(2)
			LC-2A-2-5-(3)
		LC-2A-2-2	-
		LC-12B-1-2-3	-
		LC-12B-2-2-6	LC-12B-2-2-6-(1)
			LC-12B-2-2-6-(2)

^{*}Clasificación hecha en base al tamaño de los fragmentos contenidos en la bolsa de la muestra, asignando (1) al fragmento más grande y (3) al de menor tamaño. **En ésta muestra se hizo distinción entre la base y la superficie o acabado de la muestra.

V. Fotografías de las muestras analizadas

Imagen No. 1 "Muestras analizadas provenientes del Sitio Arqueológico La Corona."



Fotografías: Andrea Sandoval.

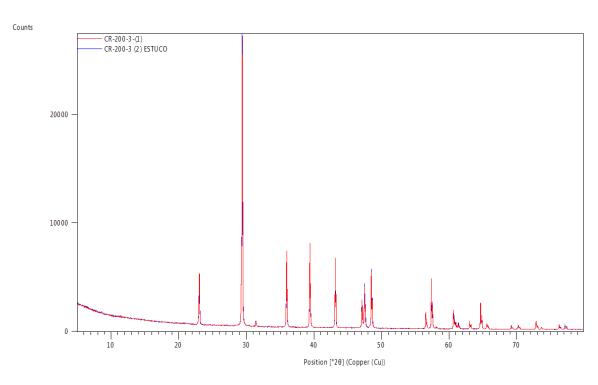
Imagen No. 2 "Muestras analizadas provenientes del Sitio Arqueológico La Cariba."

Sitio Arqueológico de Procedencia			La Cariba		
Material			estuco		
Muestra	LC-2A-4-2	LC-2A-2-5	LC-2A-2-2	LC-12B-1-2-3	LC-12B-2-2-6
	*****	THE STATE OF THE S			

VI. Resultados

Imagen No. 3 "Comparación de los difractogramas obtenidos entre las sub-muestras CR-200-3-(1) y CR-200-3-(2) utilizando la técnica: Difracción de Rayos X."

 Date: 04/09/2015 Time: 03:20:15 p.m.
 File: Comparacion CR-200
 User: User



Page: 1 of 1

Cuadro No. 3 "Comparación de la composición elemental general obtenida entre las sub-muestras CR-200-3-(1) y CR-200-3-(2) utilizando la técnica: Fluorescencia de Rayos X."

			MÉTODO: Óxidos Generales													
Muestra	Iuestra Sub muestra	[%] Al ₂ O ₃	[%] CaO	[%] Cr ₂ O ₃	[%] Fe ₂ O ₃	[%] K ₂ O	[%] MgO	[%] MnO	[%] Na ₂ O	[%] P ₂ O ₅	[%] SO ₃	[%] SiO ₂	[%] TiO ₂	% Pérdida al fuego (LOI)	% TOTAL	
CR-200-	CR-200- 3-(1)	1.58	51.77	0.04	0.63	0.02	0.00	0.00	0.13	0.00	0.00	1.69	0.04	42.870	98.53	
3	CR-200- 3-(2)	1.51	51.92	0.04	0.72	0.02	0.00	0.00	0.17	0.00	0.01	1.73	0.04	42.510	98.37	

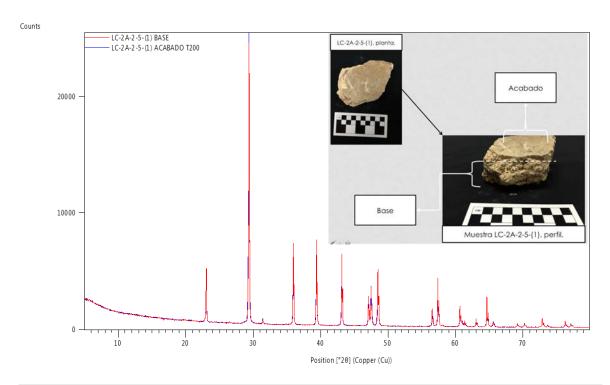
En la imagen No. 1 y el cuadro No. 3 se observa que no existe diferencia significativa entre las submuestras, tanto en el difractograma (fases minerales) como en la composición química de las submuestras CR-200-3-(1) y CR-200-3-(2). Por lo que, para el resto de los análisis no se hizo distinción entre las sub-muestras y se asumió que las que provenían de la misma muestra, por lo tanto tendrían la misma composición química y las mismas fases minerales.

Imagen No. 4 "Comparación de los difractogramas (fases minerales) obtenidos entre la base y el acabado de la muestra LC-2A-2-5, utilizando la técnica: Difracción de Rayos X."

Date: 04/09/2015 Time: 03:17:12 p.m.

File: Comparacion Acabado y Base

User: User



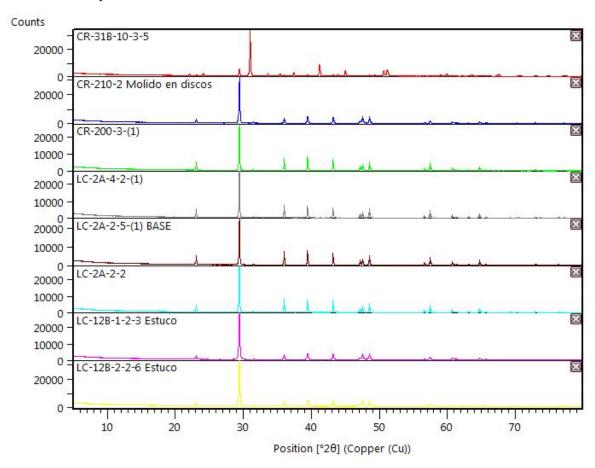
Page: 1 of 1

Cuadro No. 4 "Comparación de la composición elemental general obtenida entre la base y el acabado de la muestra LC-2A-2-5, utilizando la técnica: Fluorescencia de Rayos X."

			MÉTODO: Óxidos Generales												
Muestra	Sub muestra específica	[%] Al ₂ O ₃	[%] CaO	[%] Cr ₂ O ₃	[%] Fe ₂ O ₃	[%] K ₂ O	[%] MgO	[%] MnO	[%] Na ₂ O	[%] P ₂ O ₅	[%] SO ₃	[%] SiO ₂	[%] TiO ₂	% Pérdida al fuego (LOI)	-
LC-2A-2-5	Base	1.71	50.93	0.04	0.93	0.04	0.00	0.00	0.08	0.00	0.00	2.74	0.04	42.14	98.47
	Acabado	1.50	50.11	0.04	0.90	0.03	0.00	0.01	0.11	0.00	0.00	2.67	0.03	44.520	99.83

En la imagen No. 2 y el cuadro No. 4 se observa que no existe diferencia significativa tanto en el difractograma (fases minerales) como en la composición química de la base y el acabado de la muestra LC-2A-2-5. Por lo que, ambas partes tienen la misma composición química y las mismas fases minerales. Por lo tanto, ambas están hechas de la misma materia prima y sufrieron el mismo procedimiento químico para su elaboración, la diferencia entre ambas reside en la forma en que se aplicó la mezcla original sobre la superficie, dándole un acabado más fino a la superficie que a la base.

Imagen No. 5 "Difractogramas obtenidos en el análisis de las muestras de estuco, utilizando la técnica: Difracción de Rayos X."



En la imagen No. 3 se observa que los patrones de difracción de las muestras de estuco son iguales, excepto el de la muestra CR-31B-10-3-5. La fase mineral predominante en todas las muestras de estuco fue la Calcita (CaCO $_3$), con un 100%. La muestra CR-31B-10-3-5, la fase mineral predominante es la Dolomita (MgCa(CO $_3$) $_2$) en un 97.1%, mientras que la Calcita está presente en un 2.9%.

Es importante mencionar que la apariencia física de éste estuco a diferencia de la de los demás es diferente puesto que es blanco en su totalidad, mientras que los otros tienen una coloración amarilla.



Imagen No. 6 "Muestra CR-31B-10-3-5, fotografía por: Andrea Sandoval.".

Cuadro No. 5 "Cuantificación de los elementos (a través de la determinación de óxidos generales) en las muestras de estuco utilizando la técnica: Fluorescencia de Rayos X."

Sitio								MÉTO	DDO: Óxic	los Gener	ales					
Arqueoló_ gico de Proceden_ cia	Mate_ rial	Muestra	[%] Al ₂ O ₃	[%] CaO	[%] Cr ₂ O ₃	[%] Fe ₂ O ₃	[%] K₂O	[%] MgO	[%] MnO	[%] Na ₂ O	[%] P ₂ O ₅	[%] SO ₃	[%] SiO ₂	[%] TiO ₂	% Pérdi_ da al fuego (LOI)	% TOTAL
		CR-210-2	1.72	50.89	0.04	0.80	0.04	0.00	0.00	0.13	0.00	0.00	3.14	0.06	41.71	98.21
La Corona	estuco	CR-200-3	1.58	51.77	0.04	0.63	0.02	0.00	0.00	0.13	0.00	0.00	1.69	0.04	42.87	98.53
		CR-31B- 10-3-5	1.23	31.51	0.03	0.04	0.06	18.63	0.00	0.23	0.00	0.05	0.43	0.00	46.65	98.74
		LC-2A-2-5	1.71	50.93	0.04	0.93	0.04	0.00	0.00	0.08	0.00	0.00	2.74	0.04	42.14	98.47
		LC-2A-2-2	1.59	51.38	0.04	0.72	0.03	0.00	0.00	0.15	0.00	0.00	2.89	0.04	41.97	98.61
La Cariba	estuco	LC-12B-1- 2-3	0.88	53.13	0.04	0.43	0.02	0.00	0.00	0.07	0.00	0.00	1.22	0.02	43.05	98.65
		LC-12B-2- 2-6	1.45	51.12	0.04	0.83	0.05	0.04	0.01	0.00	0.00	0.03	2.39	0.04	42.63	98.56

En el cuadro No. 5 se observa que la composición elemental representada por óxidos de: aluminio (Al), cromo (Cr), hierro (Fe), potasio (K), manganeso (Mn), sodio (Na), fósforo (P), azufre (S) y titanio (Ti) de las muestras de estuco, no difiere significativamente. A excepción de la muestra CR-31B-10-3-5, la cual presenta diferencia en el nivel de Magnesio (Mg) debido a que su fase mineral predominante es la Dolomita.

También se observa que los porcentajes de Silicio (Si) varían significativamente de una muestra a otra, por lo que la adición de la arena (dióxido de silicio) no era constante y podría decirse que no era parte de la receta del estuco.

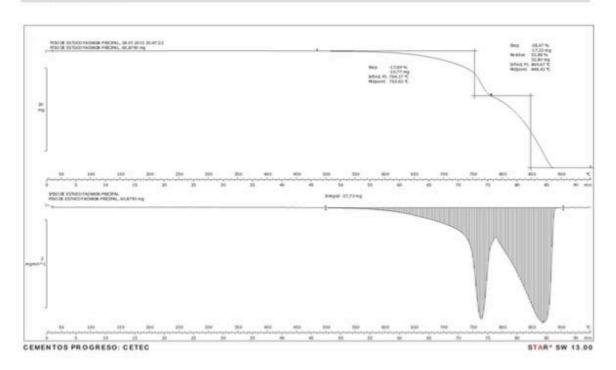
Imagen No. 7 "Análisis termogravimétrico (TGA) realizado a la muestra de estuco CR-31B-10-3-5"

Author: CETEC CETEC Date: 24/09/2015

Database: STARe Default DB V13.00: CETEC



Evaluation:



El análisis termogravimétrico, representado en la Imagen No. 4, indica que hubo dos pérdidas significativas de masa alrededor de los 750° C y 850° C, las cuales corresponden a la de-carbonatación (pérdida de CO_2) de la Dolomita y Calcita, las cuales son sus fases minerales. Siendo consistentes con las fases minerales y la composición química reportada por las técnicas XRD y XRF.

Cuadro No. 7 "Cuantificación de las fases minerales: Calcita (CaCO₃) y Dolomita (CaMg(CO₃)₂) en las muestras de estuco, reportada por las técnicas: XRD, XRF y TGA en las muestras de estuco."

Sitio Arqueológico de	Material	Muestra		%CaCO3		% CaMg(CO3)2			
Procedencia	Materiai	Muestra	XRD	XRF	TGA	XRD	XRF	TGA	
		CR-210-2	100	90.83	NA	-	-	NA	
La Corona	estuco	CR-200-3	100	92.40	NA	-	-	NA	
		CR-31B-10-3-5	2.9	9.98	24.52	97.1	85.24	74.12	
	estuco	LC-2A-4-2	100	91.70	NA	-		NA	
		LC-2A-2-5	100	90.90	NA	-	-	NA	
La Cariba		LC-2A-2-2	100	91.70	NA	-	-	NA	
		LC-12B-1-2-3	100	94.83	NA	-	-	NA	
		LC-12B-2-2-6	100	91.24	NA	-	-	NA	

Puesto que, las diferencias significativas entre una muestra de estuco y otra residen en la fase mineral más abundante (Calcita o Dolomita) se cuantificó la presencia de cada una de ellas. En el cuadro No. 7 se presenta la cuantificación reportada por cada técnica. Es importante mencionar que todas detectan la diferencia de la muestra CR-31B-10-3-5 con respecto a las demás, aunque los porcentajes reportados con coinciden entre sí. Esto se debe a que XRD sólo detecta las fases minerales y no así todos los demás compuestos no cristalinos (que XRF sí) y TGA no ofrece una cuantificación fina debido a las limitaciones del software de análisis. Por lo que la pureza del estuco, en cuanto a Dolomita y Calcita se refiere, está determinado por lo que indica la técnica XRF. Al observar las purezas reportadas por XRF se puede inferir que la piedra caliza con la que se elaboraron los estucos es de una alta pureza, la cual es de un 91.98% de carbonato de calcio (CaCO₃).

VII. Conclusión

La metodología y las técnicas con las que cuenta el laboratorio de Investigación y Desarrollo de Cementos Progreso S.A. sí permitiría realizar futuras investigaciones sobre la composición mineralógica y química del estuco Maya, con el fin de evaluar su composición, calidad y utilidad.

VIII. Propuestas para futuros temas de investigación

- Evaluar el cambio de la composición del estuco en base a su utilidad o uso, en una misma época o período de tiempo, con el fin de correlacionar la materia prima utilizada con la utilidad del estuco (como piso, como recubrimiento de paredes o techos ó como decoración).
- Evaluar el cambio de la composición del estuco a lo largo del tiempo (perídos), con el fin de correlacionar el uso de materia prima con el tiempo.
- Identificar la piedra caliza utilizada para la elaboración del estuco.
- Localizar la fuente de proveniencia de la roca caliza del Sito Arqueológico La Corona (estudio geoquímico).
- Creación de un estuco genérico que tenga como fin la reconstrucción de los acabados de Sitios Arqueológicos.
- Determinar la composición genérica del estuco del Sitio Arqueológico La Corona, con el fin de verificar si se utilizaba o no arena (SiO₂), como agregado, en elaboración del mismo.