

UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS

FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS

E.A.P. DE FÍSICA

**Caracterización de fragmentos metálicos de las
tumbas 14, 15 y 16 del complejo arqueológico
Huaca Rajada, correspondiente a la Cultura
Mochica**

TESIS

Para optar el Título Profesional de Licenciada en Física

AUTOR

Sandra Del Pilar Zambrano Alva

Lima – Perú

2013

Asesor de Tesis: Dr. Ángel G. Bustamante Domínguez.

Presidente del Jurado: Lic. Julio Fabián S.

Miembro del Jurado: Lic. Alejandro Trujillo.

*Dedicado con amor a quien
cambió su vida por la mía...*

Índice general

Glosario	XII
Siglas y Acrónimos	XV
Introducción	1
1. Contexto Histórico	3
1.1. Tumba 14: Sacerdote Guerrero	3
1.2. Tumba 15: Joven Guerrero	8
1.3. Tumba 16: El Señor Guerrero	11
2. Técnicas Experimentales	13
2.1. Microscopía Óptica (MO)	13
2.1.1. Estereomicroscopio	15
2.1.2. Microscopio Metalográfico (MEF)	17
2.2. Análisis con Rayos-X	20
2.2.1. Fluorescencia de Rayos-X (FRX)	21
2.2.2. Difracción de Rayos - X (XRD)	25
2.3. Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)	28
2.3.1. Arreglo óptico	28
2.3.2. Interacción del electrón con la materia	29
3. Análisis y Resultados	35
3.1. Muestra metálica de la tumba 14:	35
3.2. Muestra metálica de la tumba 15:	44
3.3. Muestras metálicas de la tumba 16:	55
3.3.1. Muestra metálica 16-A:	55
3.3.2. Muestra metálica 16-B:	64
4. Discusión de Resultados	73
5. Conclusiones Finales	77
5.1. Fragmento 14	77
5.2. Fragmento 15	77

5.3. Fragmento 16-A	77
5.4. Fragmento 16-B	78
5.5. Conclusiones Generales	78
A. Técnicas de Manufactura	79
A.1. Revestimiento Dorado	79
A.1.1. Añadir una capa de oro al núcleo de metal diferente	79
A.1.2. Remover los Elementos No Deseados de la superficie	80
A.2. Hilos Metálicos	81
A.2.1. Rolado	81
A.2.2. Trefilado	81
B. Fases Mineralógicas	83
B.1. Oro: <i>Au</i>	83
B.2. Plata: <i>Ag</i>	83
B.2.1. Galena: <i>PbS</i>	84
B.3. Cobre: <i>Cu</i>	85
B.3.1. Atacamita: $Cu_2Cl(OH)_3$	85
B.3.2. Cuprita: Cu_2O	85
B.3.3. Malaquita: $Cu_2CO_3(OH)_2$	86
C. Presentaciones	87
C.1. Ponencias	87
C.2. Pósters	87
Agradecimientos	95

Índice de figuras

1.1. Mapa del territorio ocupado por los moches.	4
1.2. Reconstrucción de las fases arquitectónicas de la plataforma funeraria de Huaca Rajada-Sipán	5
1.3. Reconstrucción de la tumba número 14	6
1.4. Réplica a tamaño natural del sacerdote guerrero que se encuentra en el Museo de Sitio Huaca Rajada-Sipán.	7
1.5. Dibujo estilo línea fina de la “Ceremonia del Sacrificio”.	7
1.6. Fotografía del vestido del sacerdote-guerrero.	8
1.7. Reconstrucción de la tumba 15.	9
1.8. Fotografía de la corona semilunar con cabeza de búho.	10
1.9. Reconstrucción tridimensional de la tumba 16.	11
1.10. Fotografía de la corona en forma de “V” de la tumba 16.	12
2.1. Esquema interno de un microscopio	14
2.2. Estereomicroscopio Leica MFL III	16
2.3. Estereomicroscopio multifocal Leica MZ16-A	16
2.4. Esquema del microscopio óptico metalográfico	17
2.5. Fragmento de la tumba 14 en resina.	18
2.6. Moledor-pulidor vector/beta marca Buehler.	19
2.7. Microscopio Metalográfico Leica MEF4M	20
2.8. Esquema del equipo de fluorescencia de rayos-X	22
2.9. Procesos de excitación y emisión	22
2.10. Diagrama de los niveles de energía y de las posibles transiciones de rayos-x; así mismo, se muestra el número máximo de electrones para cada capa y los números cuánticos n, l y j.	23
2.11. Equipo portátil de FRX	24
2.12. Fenómeno de DRX.	25
2.13. Arreglo geométrico del equipo de DRX.	27
2.14. Equipo de DRX utilizado.	28
2.15. Estructura interna de un SEM.	29
2.16. Interacciones producidas por la incidencia del haz de electrones sobre la muestra.	30
2.17. Fotografía del recubridor por pulverización.	32
2.18. Fotografía del microscopio electrónico de barrido utilizado.	33

3.1. Micrografía óptica de la muestra 14.	35
3.2. Sector dorado del fragmento de la tumba 14.	36
3.3. Pátina superficial verdosa del fragmento de la tumba 14.	36
3.4. Espectro de FRX de la muestra 14.	37
3.5. Difractograma de la muestra 14.	37
3.6. Imagen en campo claro del núcleo de la muestra 14 con aumento de 200x.	38
3.7. Imagen en campo claro del núcleo de la muestra 14 con aumento de 1000x.	39
3.8. Interior de la muestra 14 en campo oscuro con aumento de 200x.	39
3.9. Imagen de la muestra 14 en campo oscuro con aumento de 50x.	40
3.10. Imagen de la pátina y parte del núcleo de la muestra 14.	40
3.11. (a) Imagen SEM de la pátina de la muestra. (b)Espectro del punto 1. (c)Espectro del punto 2.	41
3.12. (a) Imagen SEM del núcleo de la muestra 14. (b) Espectro de área. (c) Espectro del punto 1. (d) Espectro del punto 2. (e) Espectro del punto 3. (f) Espectro del punto 4. (g) Espectro del punto 5. (h) Espectro del punto 6.	42
3.13. Micrografía con la medida de la capa dorada presente en la muestra 14.	43
3.14. Micrografía óptica de la muestra 15.	44
3.15. Imagen del sector superior del fragmento de la tumba 15.	44
3.16. Imagen del sector dorado del fragmento metálico de la tumba 15.	45
3.17. Superficie de la pátina del fragmento de la tumba 15.	45
3.18. Espectro de FRX de la muestra 15.	46
3.19. Difractograma de la muestra 15.	46
3.20. Imagen en campo claro de la muestra de la tumba 15, con aumento 200x.	47
3.21. Imagen en campo claro del interior de la muestra 15 con aumento de 500x.	47
3.22. Pátina de la muestra 15, fase rojiza, en campo oscuro con aumento de 500x.	48
3.23. Pátina de la muestra 15, fase negrusca, en campo oscuro con aumento de 500x.	48
3.24. Imagen de la muestra 15 en campo oscuro con aumento de 200x.	49
3.25. (a) Imagen SEM de la pátina de la muestra 15. (b) Espectro del punto 1. (c) Espectro del punto 2. (d) Espectro del punto 3. (e) Espectro del punto 4. (f) Espectro del punto 5. (g) Espectro del punto 6. (h) Espectro del punto 7.	50
3.26. Micrografía de la pátina de la muestra 15 con presencia de fase negra.	51
3.27. (a) Imagen SEM de la pátina de la muestra 15 con fase negra. (b) Espectro del punto 1. (c) Espectro del punto 2. (d) Espectro del punto 3. (e) Espectro del punto 4. (f) Espectro del punto 5. (g) Espectro del punto 6. (h) Espectro del punto 7.	52
3.28. Micrografía interior de la muestra 15.	53
3.29. (a) Imagen SEM del núcleo de la muestra 15. (b) Espectro del punto 1. (c) Espectro del punto 2. (d) Espectro del punto 3. (e) Espectro del punto 4. (f) Espectro del punto 5. (g) Espectro del punto 6.	54
3.30. Micrografía óptica de la muestra 16-A.	55
3.31. Superficie del fragmento metálico “A” de la tumba 16.	56
3.32. Ampliación del textil presente en el fragmento “A” de la tumba 16.	56
3.33. Espectro de FRX de la muestra 16-A.	57
3.34. Difractograma de la muestra 16-A.	57

3.35. Imagen de la muestra 16-A en campo claro con aumento de 50x.	58
3.36. Imagen de la muestra 16-A en campo claro con aumento de 100x.	58
3.37. Imagen de la muestra 16-A en campo claro con aumento de 500x.	59
3.38. Imagen de la muestra 16-A en campo oscuro con aumento de 100x.	59
3.39. Imagen de la muestra 16-A en campo oscuro con aumento de 200x.	60
3.40. Imagen de la muestra 16-A en campo oscuro con aumento de 62,5x.	60
3.41. (a) Imagen SEM de la pátina de la muestra 16-A. (b) Espectro del punto 1. (c) Espectro del punto 2. (d) Espectro del punto 3. (e) Espectro del punto 4. (f) Espectro del punto 5. (g) Espectro del punto 6.	61
3.42. Micrografía interior de la muestra 16-A.	62
3.43. (a) Imagen SEM de la pátina de la muestra 16-A. (b) Espectro del punto 1. (c) Espectro del punto 2. (d) Espectro del punto 3. (e) Espectro del punto 4.	63
3.44. (a) Imagen SEM de la fase blanca redondeada de la muestra 16-A. (b) Espectro del punto 1.	63
3.45. (a) Imagen SEM de la fase blanca amorfa de la muestra 16-A. (b) Espectro del punto 1. (c) Espectro del punto 2. (d) Espectro del punto 3.	64
3.46. Micrografía óptica de la muestra 16-B.	65
3.47. Intersección entre los hilos y la sección metálica del hilo metálico de la tumba 16.	65
3.48. Imagen de un sector del hilo metálico de de la tumba 16.	65
3.49. Espectro de FRX de la muestra 16-B.	66
3.50. Difractograma de la muestra 16-B.	66
3.51. Imagen de la muestra 16-B en campo claro con aumento de 50x.	67
3.52. Imagen de la muestra 16-B en campo claro con aumento de 200x.	68
3.53. Imagen de la muestra 16-B en campo oscuro con aumento de 50x.	68
3.54. Imagen de la muestra 16-B en campo oscuro con aumento de 100x.	69
3.55. Micrografía de la pátina de la muestra 16-B.	69
3.56. (a) Imagen SEM de la pátina de la muestra 16-B. (b) Espectro del punto 1. (c) Espectro del punto 2. (d) Espectro del punto 3. (e) Espectro del punto 4.	70
3.57. Micrografía del núcleo de la muestra 16-B.	71
3.58. (a) Imagen SEM del núcleo de la muestra 16-B. (b) Espectro del punto 1. (c) Espectro del punto 2. (d) Espectro del punto 3.	71
4.1. Estructura de Kekulé para el benzotriazol.	74
4.2. Molécula de benzotriazol (BTA).	74
4.3. Cadena del polímero cobre-BTA.	75
4.4. Estructura molecular cobre-BTA.	75
A.1. Proceso de dorado por reducción.	80
A.2. Proceso de Trefilado.	81
C.1. Resumen del trabajo presentado al ECI 2012i.	88
C.2. Resumen del trabajo presentado en la scuola di Lecce	89
C.3. Póster presentado en SPECTRA 2012	90

C.4. Póster presentado en el XXI SPF - Trujillo.	91
C.5. Póster presentado en la escola do arqueometria en Rio.	92

Índice de cuadros

1.1. Descripción arqueológica de la muestra 14.	8
1.2. Descripción arqueológica de la muestra 15.	10
1.3. Descripción arqueológica de las muestras 16-A y 16-B.	12
2.1. Procedimiento de pulido de las muestras en resina.	20

Glosario

- **Caracterizar:** Determinar los atributos peculiares de alguien o algo, de modo que claramente se distinga de los demás.
- **Élite:** Minoría selecta o rectora.
- **Espectro:** Distribución de la intensidad de una radiación en función de una magnitud característica, como la longitud de onda, la energía, la frecuencia o la masa.
- **Fase:** Cada una de las partes homogéneas físicamente separables en un sistema formado por uno o varios componentes.
- **Fotón:** Cada una de las partículas que constituyen la luz y, en general, la radiación electromagnética en aquellos fenómenos en que se manifiesta su naturaleza corpuscular.
- **Micrografía:** Descripción de objetos vistos con el microscopio.
- **Morfológica:** Pertenciente o relativo a la morfología (estudio de la forma).
- **Nariguera:** Pendiente que se ponen algunos indios en la ternilla que divide las dos ventanas de la nariz.
- **Orejas:** Rodaja que se metían los indios en un agujero abierto en la parte inferior de la oreja.
- **Ornamentos:** Ciertas piezas que se ponen para acompañar a las obras principales.
- **Ornitomorfo:** Con forma de ave.
- **Osamenta:** Esqueleto del hombre y de los animales. Conjunto de los huesos sueltos del esqueleto.
- **Pátina:** Especie de barniz duro, de color aceitunado y reluciente, que por la acción de la humedad se forma en los objetos antiguos de bronce. En este caso se refiere a la corrosión que apareció sobre las piezas originales, ocurrido por la acción de la humedad y el tiempo.
- **Patología:** Parte de la medicina que estudia las enfermedades. Conjunto de síntomas de una enfermedad.

- **Porras:** Instrumento o arma alargada, usada como maza, especialmente por algunos cuerpos encargados de vigilancia, tráfico, etc.
- **Rescaldar:** Escaldar de nuevo. Abrasar con fuego algo, poniéndolo muy rojo y encendido, como el hierro.
- **Sarcófago:** Sepulcro (obra para dar sepultura a un cadáver).
- **Sesgado:** Desviado, tendencioso.
- **Tenacidad:** Cualidad de tenaz. Que opone mucha resistencia a romperse o deformarse.

Siglas y Acrónimos

- **CONCYTEC:** Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología.
- **CNR:** Consiglio Nazionale della Ricerca - Consejo Nacional de Investigación.
- **DRX:** Difracción de Rayos-X.
- **EDS:** Energy-dispersive X-ray Spectroscopy (*Espectro de energía dispersiva de rayos-X*).
- **FRX:** Fluorescencia de Rayos-X.
- **ISMN:** Istituto per lo Studio dei Materiali Nanostrutturati.
- **MO:** Microscopio Óptico.
- **MVC:** Movimiento de Vida Cristiana.
- **SEM:** Scanning Electron Microscopy (*Microscopio Electrónico de Barrido*).
- **UNMSM:** Universidad Nacional Mayor de San Marcos.

Introducción

El Perú es un país rico en restos arqueológicos incaicos y en culturas desarrolladas anteriores a los incas. Las cerámicas, manufacturas metálicas, restos humanos, etc. de aquellas civilizaciones, que son encontradas en todo el territorio peruano, son parte nuestro patrimonio cultural.

Los museos son los responsables de restaurar y preservar nuestro patrimonio, para que las generaciones futuras sean capaces de conocer y reconocer las ideas, creencias, forma de vida y evolución de los antiguos peruanos y de esta manera puedan valorar la importante riqueza cultural de la que proceden. Museos de gran prestigio, como el Musée du Louvre de Paris y el British Museum en Londres, tienen laboratorios y científicos especializados, que se encargan del estudio con métodos físicos y químicos de las piezas y muestras, con la finalidad de analizar y así conservarlas.

Un grupo de investigadores peruanos dirigidos por el doctor Ángel Bustamante, profesor de la Facultad de Ciencias Físicas de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM); y con la colaboración del doctor Roberto Cesareo, profesor de la Universidad de Sassari en Italia; iniciaron en el año 2007 el estudio de manufacturas metálicas doradas precolombinas en el museo Tumbas Reales del Señor de Sipán en Lambayeque.

Los primeros resultados mostraron la presencia de cobre en las piezas; así mismo, se encontró recubrimientos de oro que dió evidencia de la gran habilidad y destreza de los orfebres mochicas. De dichos estudios se logró publicar el artículo: “ *Pre-columbian alloy from the royal tombs of Sipán; energy dispersive x-ray fluorescence analysis with a portable equipment* ”[7]; además, se presentaron los resultados en congresos nacionales e internacionales.

En el año 2009, el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONCYTEC) apoyó la investigación, por medio del proyecto bilateral Perú-Italia “Análisis de la manufactura metálica precolombina del Perú, con particular referencia a objetos de oro y revestidos con oro”. Se realizó estudios con diversas técnicas y un grupo científico más amplio; se abarcó las culturas precolombinas desarrolladas en la costa norte y por ende se ha trabajado con más museos, entre los cuales se encuentra el Museo de Sitio Huaca Rajada - Sipán, del cual proceden los fragmentos para el desarrollo de esta tesis.

Para el desarrollo de la presente tesis se ha requerido del uso de las técnicas microscopía óptica (MO), microscopía electrónica (SEM-EDS), fluorescencia de rayos-X (FRX) y difracción de rayos-x (DRX). Estudios de este tipo han sido realizados por Heather Lechtman, referidos a fagmentos de la cultura mochica encontrados en Loma Negra; así como también, el estudio realizado por la arqueóloga L. Vetter, en piezas de la cultura Sicán; de este modo, el estudio de las manufacturas metálicas precolombinas ha causado gran interés, por la evolución que presenta

en sus técnicas de manufactura y decoración.

Capítulo 1

Contexto Histórico

La cultura Mochica se desarrolló entre los años 0 - 900 d.C.; se ubicó en la costa norte del Perú, en la cuenca del río Chancay, región Lambayeque (Fig. 1.1). Este valle es uno de los más extensos y ricos; aquí se puede encontrar vestigios de un largo y complejo proceso histórico, desde el arcaico hasta la ocupación inca, tales como Ventarrón, Collud, Cerro Combo, Saltur, Sipán, Pátapo, Pampagrande, Pachérrez y otros.

Sin embargo, Sipán es el complejo arqueológico más conocido e interesante investigado entre los años del 1987 y 2000. Se conforma principalmente por los restos de dos monumentales construcciones de adobe en forma de pirámides truncas, que son antecedidas por una plataforma baja de tres niveles aparentando ser cerros de barro que se alinean de oeste a este [8].

En este complejo arqueológico se han podido encontrar, hasta el momento, 16 tumbas de personajes de élite mochica, guerreros, sacerdotes y nobles de los periodos Moche Temprano (0 - 300 d.C) y Moche Medio (300 - 700 d.C), figura 1.2.

Los moches fueron un pueblo con una organización política-religiosa bien constituida; pueblo de guerreros, ceramistas, metalurgistas, pescadores y agricultores. En la metalurgia trabajaron aleaciones binarias del tipo cobre - oro, cobre - arsénico, etc.; así como, aleaciones terciarias de cobre - oro - plata; se puede destacar las aleaciones de cobre arsenical y tumbaga. Desarrollaron diversas técnicas de manufactura y técnicas decorativas, que fueron empleadas en los vestidos y ornamentos encontrados con cada personaje.

1.1. Tumba 14: Sacerdote Guerrero

La tumba designada como la número 14 fue encontrada en mayo del 2007, luego de un periodo de paralización de las excavaciones. Se encuentra ubicada en el piso número 4 de la plataforma funeraria. El personaje fue hallado en un sarcófago de madera con amarraderas de cobre que evidencian la relevancia del personaje; se estima que corresponde al periodo Moche Medio (300 - 700 d.C).

La osamenta completa del personaje fue encontrada en un delicado estado de conservación, por ello se requirió el apoyo de Melissa Lund Valle, arqueóloga especializada en el análisis de restos humanos, quien, a su opinión, el cuerpo hallado en esta tumba pertenecía a un individuo de



Figura 1.1: Mapa del territorio ocupado por los moches.

sexo masculino de 30 a 40 años de edad, con una estatura aproximada de 164 cm., no se detectó ninguna evidencia de enfermedad o patología como causa de muerte.

En el ajuar funerario se encontró imágenes de culto, ornamentos y artefactos vinculados a ofrendas y sacrificios como las copas de pedestal y el cetro-cuchillo entre otros objetos. Las prendas y tocados son ricos en simbolismos religiosos relacionados con el agua (cetro de life,

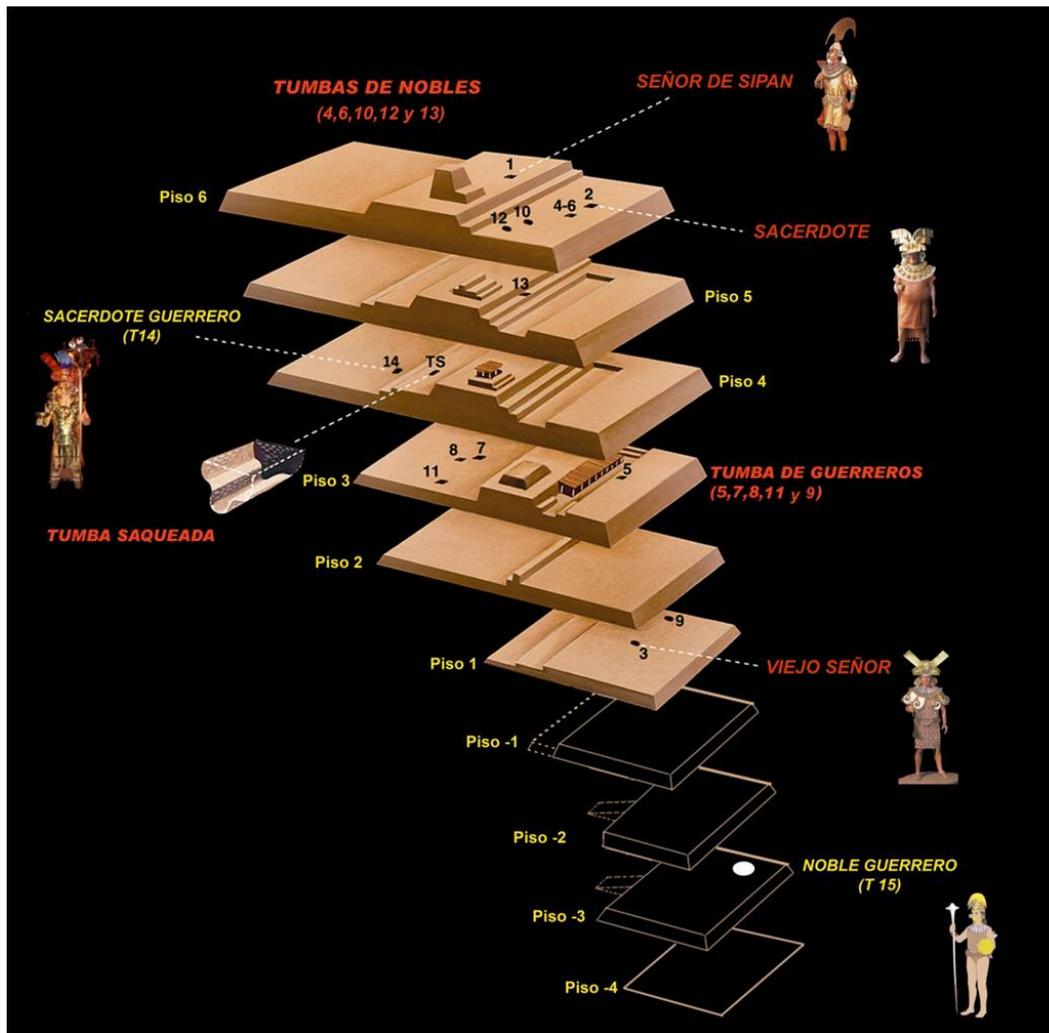


Figura 1.2: Reconstrucción de las fases arquitectónicas de la plataforma funeraria de Huaca Rajada-Sipán

tocado con apéndices similares a tentáculos de pulpo), la tierra (cabezas de felinos) y el aire (mascara de búho). Por otro lado se encontró una considerable cantidad de armas de combate, como forros metálicos de porras desarmadas, grandes discos de cobre, partes de armaduras y lanzas. Destacando dos porras, la primera sobre-dimensionada que constituye el más explícito símbolo militar del personaje (porra con grandes lentejuelas) y la segunda con pequeñas cruces caladas que correspondería a un objeto sonoro [4]. En la figura 1.3 se puede apreciar la reconstrucción virtual del sarcófago encontrado en la tumba 14, en donde se observa la ubicación de los ornamentos encontrados. Todos estos elementos son suficientes para denominar a este personaje como “sacerdote-guerrero”, personaje de élite que ejercía funciones políticas-religiosas dentro de la sociedad Moche, cuya apariencia sería como la presentada en la figura 1.4.

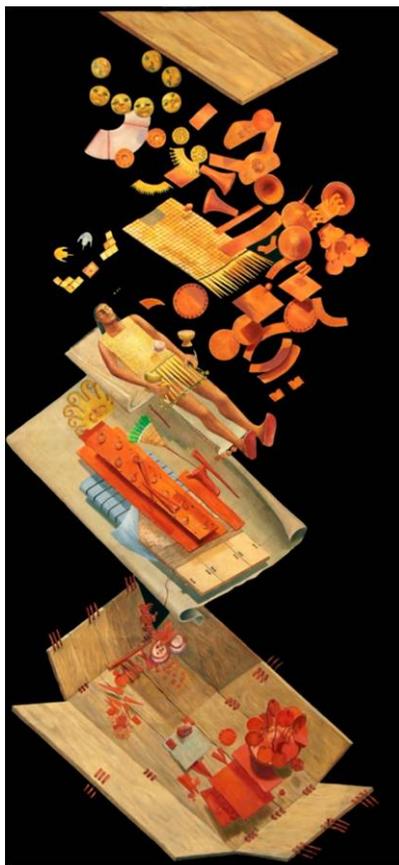


Figura 1.3: Reconstrucción de la tumba número 14

Las vestiduras y ornamentos de este personaje lo identifican como el personaje “D” de la “Ceremonia del Sacrificio”, diseño encontrado en una vasija Moche [5]. Personajes de los que se pensó, en un inicio, representaban divinidades en las que creían. Sin embargo, al continuar con las excavaciones en la costa norte del país, se pudo identificar los cuatro personajes de élite Mochica de esta escena, según las vestimentas y artefactos encontrados en sus tumbas. En la figura 1.5 se puede apreciar el dibujo estilo línea fina de la “Ceremonia del Sacrificio”, dibujado por Donna McClelland. Este dibujo ha sido trabajado por Christopher Donnan y la vasija se encuentra actualmente en el Staatliches Museum für Völkerkunde, Munich.

El fragmento metálico a caracterizar, corresponde a uno de los colgantes de forma triangular del vestido del denominado Sacerdote-Guerrero. En la figura 1.6 se puede apreciar la vestimenta completa aún sin pasar por los procesos de limpieza y restauración respectivos; la descripción arqueológica del fragmento dada por el propio museo de sitio Huaca Rajada se encuentra en la tabla 1.1.



Figura 1.4: Réplica a tamaño natural del sacerdote guerrero que se encuentra en el Museo de Sitio Huaca Rajada-Sipán.

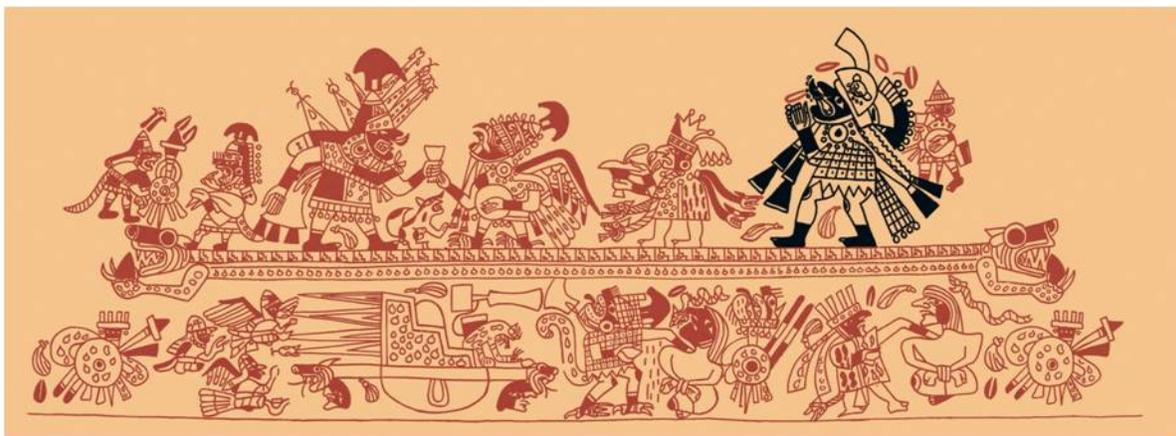


Figura 1.5: Dibujo estilo línea fina de la “Ceremonia del Sacrificio”.



Figura 1.6: Fotografía del vestido del sacerdote-guerrero.

Muestra:	Fragmento de Cobre Dorado (Cu:59)
Edad de producción:	Moche Medio (300-600 d.C.)
Civilización:	Mochica
Lugar de hallazgo:	Plataforma funeraria: Complejo arqueológico Huaca Rajada - Sipán
Contexto:	Tumba 14
Objeto:	Colgante de vestido
Descripción y función:	Placas de forma de triángulo invertido (cuya medida es de 24 cm.), adosadas al final de la vestimenta del personaje; las que a su vez terminan en ganchos que sujetan lentejuelas.

Cuadro 1.1: Descripción arqueológica de la muestra 14.

1.2. Tumba 15: Joven Guerrero

Entre los meses de agosto de 1998 y noviembre de 1999, se obtuvo indicios de la existencia de la tumba número 15 en un sector de mayor profundidad en la zona sur de la plataforma funeraria, escavándose solo hasta identificar el tercer piso negativo, lo cual por problemas económicos se paralizaron los trabajos. Es en junio del año 2009, cuando se retoma los trabajos de excavación en la plataforma funeraria, donde es develando el entierro signado con el número 15.

Luego de planificar la excavación desde el piso 01 hasta el -03, se retiró el relleno que durante años cubrió esta tumba, relleno que contaminó la muestra de tierra original de la tumba, por lo

cual no se tiene un análisis del mismo. La tumba reveló el entierro de un guerrero, denominado así por la presencia, a la altura de la pelvis, de una punta de lanza y sobre la mano izquierda un escudo circular recubierto con pequeñas placas de cobre dorado, es importante recordar que los arqueólogos son quienes en un primer momento identifican las aleaciones y composición de las piezas por el estado en que son encontradas.

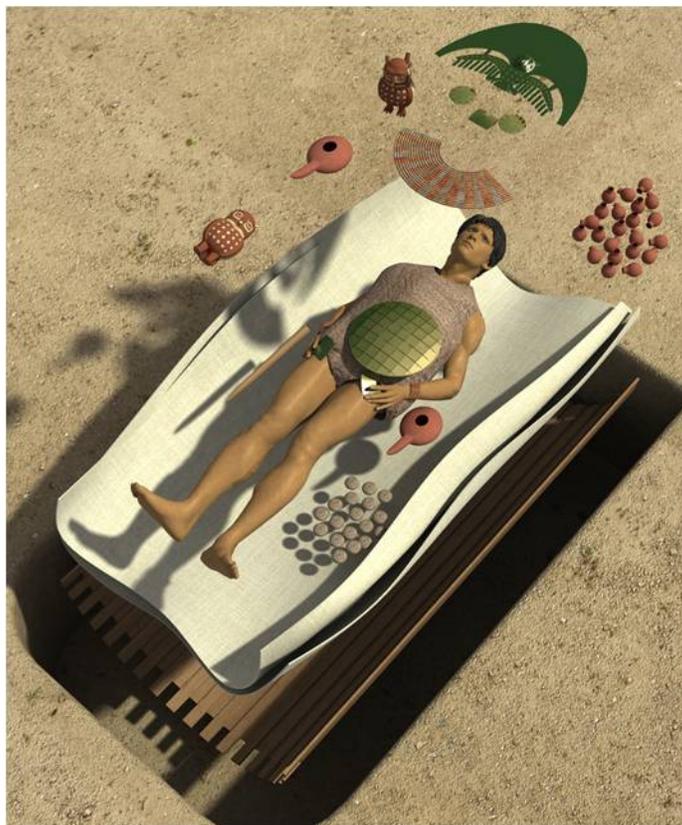


Figura 1.7: Reconstrucción de la tumba 15.

Según los análisis osteológico realizados por el antropólogo físico Mario Millones, se conoce que la edad del personaje al momento de su muerte era de 21 años, con una estatura de 1.65 metros y condición física fuerte, no se ha detectado evidencias de enfermedad o patología como posible causa de muerte. Así; se ha nombrado a la tumba 15 como la del joven guerrero.

En esta tumba se registró una corona semilunar, aparentemente de cobre dorado que cubría el rostro del personaje, con representación de búho con las alas despegadas y con incrustaciones de concha en los ojos; también se encontró cuatro narigueras y cuarenta cascabeles de cobre dorado. En cuanto a otros emblemas de poder dentro de la sociedad Mochica se identificó un par de orejeras con lentejuelas, en cuanto a la cerámica se ha registrado dos botellas escultóricas de representación ornitomorfa (búho), y otro tipo de vasijas. Adicional a ello, el joven guerrero posee un pectoral y dos brazaletes de cuentas de conchas, que son piezas características confeccionadas para personajes de la nobleza de la sociedad mochica. La figura 1.7 presenta la



Figura 1.8: Fotografía de la corona semilunar con cabeza de búho.

reconstrucción tridimensional de la tumba 15, denominada: “tumba del joven guerrero” [9]. Este entierro se encuentra en el periodo Moche Temprano, correspondiente a los años 0 - 300 d.C, tumba del periodo fundacional Moche [20].

Muestra:	Fragmento de cobre (M:01A)
Edad de producción:	Moche Temprano (0-300 d.C.)
Civilización:	Mochica
Lugar de hallazgo:	Plataforma funeraria: Complejo arqueológico Huaca Rajada - Sipán
Contexto:	Tumba 15
Objeto:	Corona de búho
Descripción y función:	Objeto de silueta semilunar en la parte superior y silueta de ave (búho) con las alas desplegadas en la parte media e inferior. La cabeza del animal es de forma semi escultórica y se encuentra sujeta a la diadema con grapas. Tiene aplicaciones de nácar en los ojos y lentejuelas en el cuerpo y alas, de estas últimas penden láminas alargadas a manera de plumas.

Cuadro 1.2: Descripción arqueológica de la muestra 15.

El fragmento metálico a caracterizar. Corresponde a una lentejuela de la corona semilunar encontrada. En la figura 1.8 se puede apreciar la corona encontrada. Luego de haber pasado por los procesos de consolidación y limpieza, realizados con tiner y polivinilo de acetato, pero todavía no por el proceso de restauración, de modo tal, que la muestra adquirida cuenta en su

superficie con una capa con estos productos. La descripción arqueológica del fragmento dada por el propio museo de sitio Huaca Rajada se encuentra en la tabla (1.2).

1.3. Tumba 16: El Señor Guerrero

La Tumba 16, descubierta en junio del 2010, corresponde al periodo Moche medio del 300 - 700 d.C., presenta el entierro de un Señor Guerrero con cuatro acompañantes, una mujer con dos bebés a su lado y un adolescente de aproximadamente 13 años de edad, como se muestra en la reconstrucción virtual de la tumba indicada en la fig (1.9). En los entierros Sipán a los guardianes se les cortaba los pies para que no pudieran moverse del lugar [1], es por ello que en este caso se denominan a los dos personajes como acompañantes por conservar los pies y ser encontrados con objetos cerámicos finamente acabados a sus alrededores.

El adolescente acompañante pertenecía posiblemente a la corte de nobles de este guerrero, puesto que ostentaba una corona de cobre laminado en forma de “V” (fig.1.10). En la parte central lleva engrampado un personaje antropomorfo con facciones bien definidas [10]; de esta corona se obtuvo los fragmentos de estudio, su descripción arqueológica, dada por el propio museo de sitio Huaca Rajada, se encuentra en la tabla 1.3).

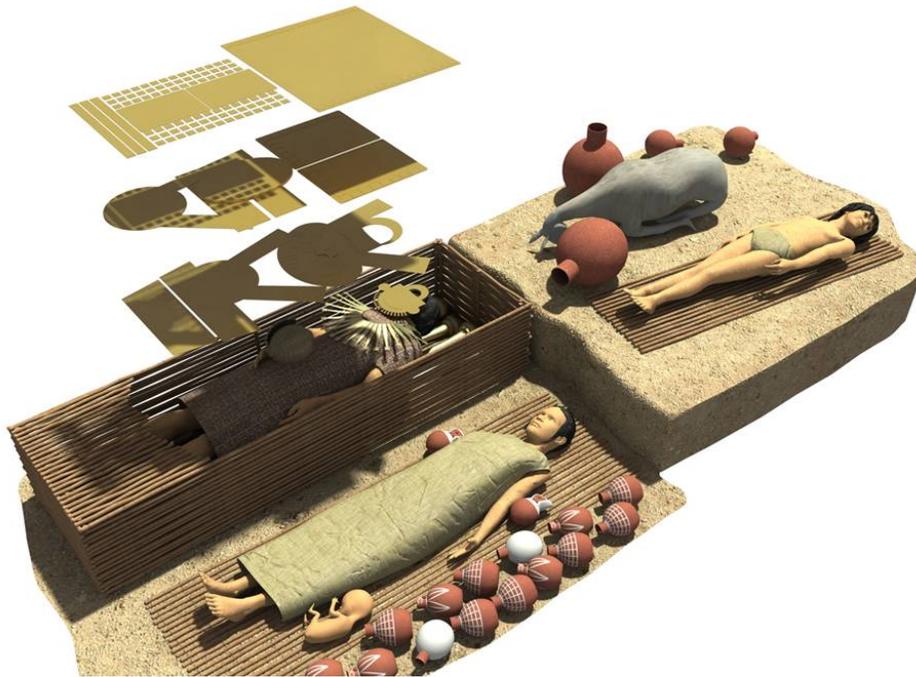


Figura 1.9: Reconstrucción tridimensional de la tumba 16.



Figura 1.10: Fotografía de la corona en forma de “V” de la tumba 16.

Muestra:	Fragmento de cobre (M: 02)
Edad de producción:	Moche Medio (300 - 600 d.C.)
Civilización:	Mochica
Lugar de hallazgo:	Plataforma funeraria: Complejo arqueológico Huaca Rajada - Sipán
Contexto:	Tumba 16: Osamenta 1
Objeto:	Corona en “V”
Descripción y función:	Diadema de cobre laminado en forma de “V” (50 cm. de largo por 65 de ancho) se ubica a la altura del tórax, pelvis y parte del fémur izquierdo. En la parte central lleva engrampado un personaje antropomorfo con facciones bien definidas.

Cuadro 1.3: Descripción arqueológica de las muestras 16-A y 16-B.

Capítulo 2

Técnicas Experimentales

Las técnicas físicas utilizadas, en el presente trabajo de tesis, han permitido caracterizar el sector superficial de fragmentos, de las manufacturas hechas a base de cobre. Se ha determinado la composición química de la pátina presente en estos fragmentos, generada por la oxidación y corrosión. Para la realización de este estudio. Se utilizó las siguientes técnicas:

- Microscopía óptica (MO); los equipos que fueron utilizados son el microscopio estereoscópico de reflexión de luz LEICA MFL III, el microscopio estereoscópico multifocus LEICA de reflexión de luz y microscopio metalográfico LEICA MEF 4M (MEF), todos dotados con una telecamara digital para la adquisición de imágenes computarizadas.
- Análisis con Rayos-X; **(a)** el equipo utilizado para el análisis de fluorescencia de rayos-x: equipo portátil de fluorescencia de rayos-x (FRX) de la marca AMPTEK con tubo de rayos-x Eclipse III y detector de silicio-PIN, modelo 100CR. **(b)** el equipo utilizado para el análisis por difracción de rayos-X (DRX), difractómetro X Siemens 5000 para polvo con filtro de Ni y fuente K_{α} de Cu ($\lambda = 0,154056$ nm);
- Microscopía electrónica (SEM) asociada a análisis por dispersión de energía (EDS); el equipo utilizado es un microscopio electrónico de barrido por emisión de campo LEO 1530 y sistema de análisis EDS INCA 450.

2.1. Microscopía Óptica (MO)

La microscopía con luz visible es la más tradicional, consiste en la observación de la superficie de las muestras de análisis, utilizando como fuente la radiación visible, que es reflejada o transmitida por la muestra para crear la imagen.

El microscopio óptico se compone principalmente de un dispositivo que interpone oportunamente las posiciones de los lentes, oculares y objetivos, que son de material transparente entre el objeto a observar y el ojo humano y/o un sistema de captura de la imagen.

El objetivo es el primer sistema de lentes, crea una imagen agrandada, real y derecha del objeto a observar. El ocular es el segundo sistema de lentes, está ubicado a una distancia oportuna y fija de modo que forme una segunda imagen más agrandada, virtual y al revés.

Las lentes están constituidas por un material más denso que el aire (generalmente vidrio óptico); debido a esta diferencia de densidades, la luz que atraviesa se ve refractada con ángulo dependiente de la geometría; utilizando lentes con geometría convexa, es posible concentrar en un punto los rayos de luz reflejados por la superficie de la muestra analizada; este punto es llamado foco. Poniendo el ojo en el foco, es posible ver el objeto bajo un determinado ángulo sólido, el resultado será el aumento virtual de una sección de la muestra (fig. 2.1).

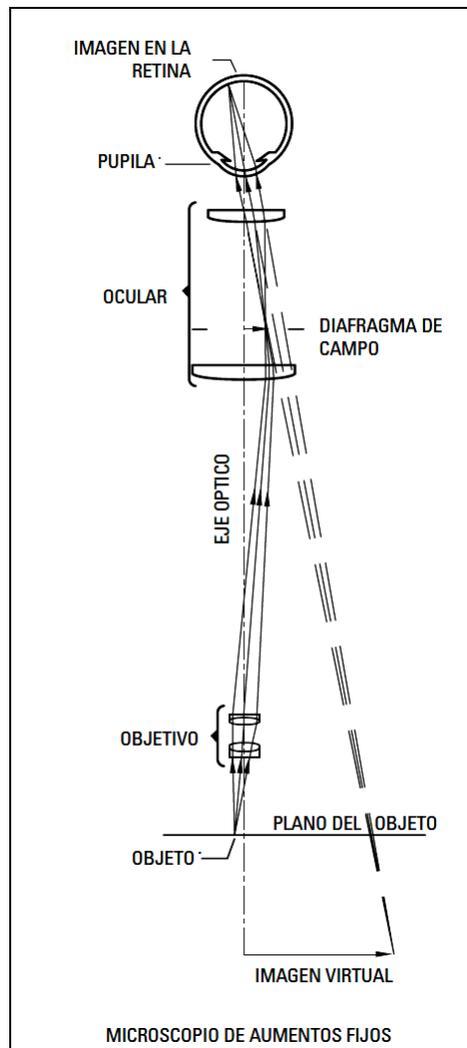


Figura 2.1: Esquema interno de un microscopio

Es fundamental que la luz sea directa sobre el objeto en el modo más oportuno, para así lograr el máximo rendimiento óptico. Esto se logra con el uso de una importante parte óptica de los microscopios: el condensador, tal sistema de lentes está en grado de condensar el rayo de luz proveniente de la fuente, dirigiéndolo de modo apropiado a la muestra de estudio.

Gracias a este sistema de lentes, ocular-objetivo, el microscopio óptico esta en grado de

ofrecer una resolución del orden de los micron (10^{-6} m) a la cual se le asocia un aumento de 1000 veces, con un enfoque útil y una buena resolución.

Además del aumento, es importante el poder de resolución; el cual consiste en la distancia mínima a la cual dos puntos resultan distinguidos, por encima de 2000 aumentos no es posible obtener imágenes resueltas y diagnósticamente útiles.

El aumento está definido como la razón entre las dimensiones del objeto original y aquella de la imagen agrandada. El aumento lineal o angular, en el caso de microscopios compuestos, esta dado por el producto del aumento del objetivo (M_o) y del aumento del ocular (M_e): $MA = M_o \times M_e$. El aumento del objetivo de un microscopio es directamente proporcional a la distancia entre el objeto y el ocular, distancia también llamada largo del tubo óptico, en los microscopios modernos esta distancia de 160mm es fija. El aumento del objetivo es en cambio, inversamente proporcional a la distancia focal f_o , por ello resulta: $M_o = d/f_o$.

En base al sistema de iluminación y la consiguiente modalidad de formación de las imágenes, se distinguen dos modalidades de observación:

- Luz transmitida; la luz pasa a través de la muestra, que debe encontrarse bajo la forma de una lámina sutil y transparente, tal modo no es utilizable para metales;
- Luz reflejada; la luz es reflejada por la superficie de la muestra, a su vez esta modalidad puede ser operada en campo claro y campo oscuro.

2.1.1. Estereomicroscopio

Un tipo particular de microscopio óptico muy utilizado en el estudio de bienes culturales, es el microscopio estereoscópico de luz reflejada, que es en grado de producir una imagen tridimensional, típica de la visión directa ofrecida por los ojos, eliminando el efecto aparente plano típico de los microscopios ópticos convencionales.

El estereomicroscopio tiene dos caminos ópticos bien distinguidos, que toman las imágenes de un único lente puesto frontalmente a la muestra. La imagen de lo que se observa se obtiene por dos oculares colocados al final de dos caminos ópticos que delimitan el campo de observación, obteniendo dos áreas distintas del objeto analizado, que es reconstruida ópticamente dando una visión tridimensional del área observada de la muestra con buena resolución, con un máximo de 300-400 aumentos.

Uno de los límites más notables de la microscopía óptica, que es parcialmente obviado por la estereomicroscopía, es la baja profundidad de campo o incapacidad de poner a foco de modo óptimo partes de la muestra, que se encontrarían puestas fuera del plano focal óptimo. Tal límite se manifiesta de modo creciente al incrementar el aumento, de tal forma que; las imágenes solo son nítidas en las áreas donde se encuentra el plano puesto en foco.

En base a estas consideraciones, la observación mediante microscopía óptica, resulta eficaz y con una elevada resolución espacial cuando es utilizada para el estudio de muestras caracterizadas por limitadas variaciones a lo largo del eje z.

Para el análisis realizado, el estereomicroscopio utilizado es de la marca Leica MFL III (fig. 2.2), el cual nos brindará imágenes de modo general de cada pieza, con su respectivo patrón

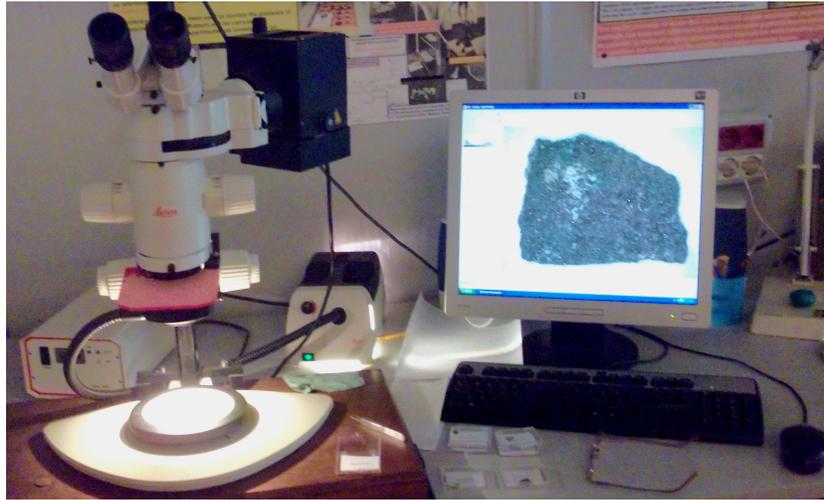


Figura 2.2: Estereomicroscopio Leica MFL III

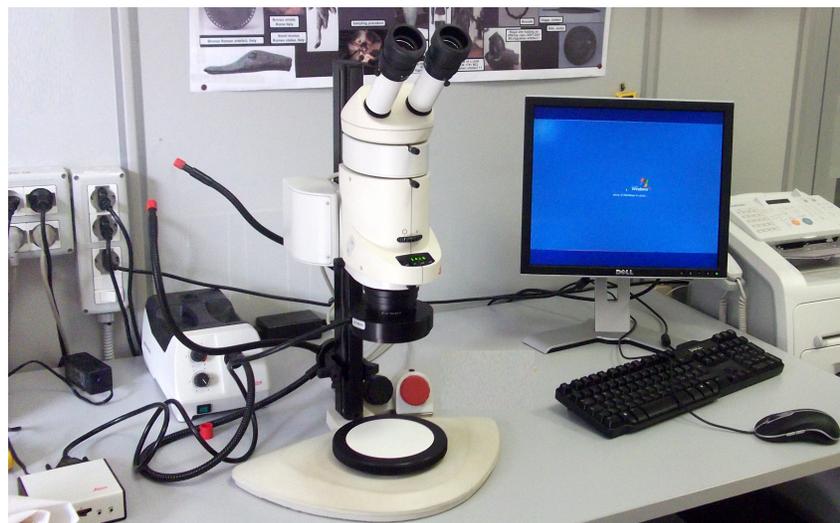


Figura 2.3: Estereomicroscopio multifocal Leica MZ16-A

de escala, las piezas no necesitan ningún tipo de preparación previa; Asimismo, se utilizó el microscopio estereoscópico multifocal Leica, modelo MZ16-A (fig. (2.3)), el cual permite hacer imágenes con mayor acercamiento, además de obtener imágenes en alto relieve lo cual ayuda en la observación, para este tipo de análisis tampoco se requiere de preparación de las muestras.

2.1.2. Microscopio Metalográfico (MEF)

Además de las características externas morfológicas de una manufactura, pueden ser observadas también aquellas internas mediante el estudio de secciones metalográficas o ceramográficas, para los casos de metales o cerámicos respectivamente. Para este caso se ha utilizado un microscopio óptico específico, que está definido como metalográfico. Para ser observados mediante este tipo de microscopio óptico, las muestras deben ser cuidadosamente pulidas, con la finalidad de reducir las variaciones a lo largo del eje “z” y eventuales exposiciones a ataques químicos selectivos, para evidenciar características internas de la manufactura (borde de grano, defectos, etc), este proceso es descrito más adelante.

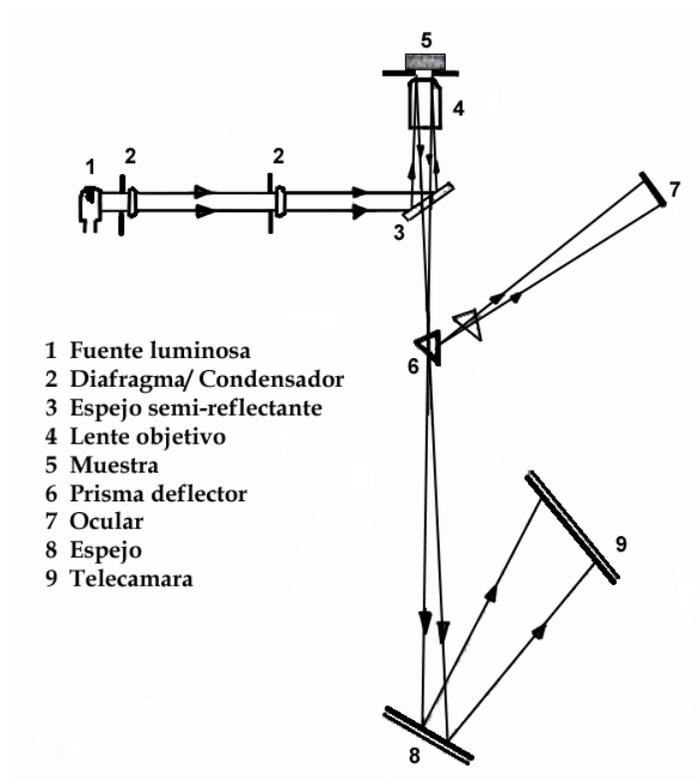


Figura 2.4: Esquema del microscopio óptico metalográfico

En el microscopio metalográfico (fig. (2.4)) la luz de una fuente es elevada intensamente y colimada por diafragmas y condensadores, de forma que inciden sobre un espejo semireflectorante que la desvía sobre la superficie de la muestra, a través del lente objetivo. La luz reflejada por la superficie en análisis, atraviesa nuevamente (en sentido contrario) el sistema antes descrito y se concentra en el foco del lente objetivo.

En este punto se encuentra un prisma deflector, en grado de desviar parcial o totalmente la señal a través del lente ocular, que permite la visión agrandada de la muestra en análisis.

La señal puede finalmente ser desviado por un espejo y enviado a la pantalla fotográfica o a una telecámara para las observaciones y documentaciones.

Como ya reportan en los microscopios metalográficos, como también en los microscopios petrográficos, la observación puede ser realizada en campo claro o en campo oscuro:

- Iluminación en campo claro; en la microscopia en campo claro a luz reflejada, la luz incide en el área plana de la muestra (perpendicular al haz óptico) y viene reflejada a través del objetivo y entonces, el contraste resultara en función de la variación del absorbimiento y reflexión de la superficie. En efecto, la luz que golpea zonas no uniformes no alcanzan al objetivo y entonces, no es observable y resulta oscura en la imagen. Esto permite reconstruir la microestructura de un modo indirecto. Específicos tratamientos superficiales (químicos y mecánicos) permiten también, evidenciar la presencia de fases, granos, divisiones, inclusiones, dislocaciones, etc.;
- Iluminación en campo oscuro; Al contrario de lo antes expuesto, la luz desviada es recogida y enviada a través del objetivo componiendo la imagen, mientras la luz reflejada no contribuye a la formación de la imagen. Esta técnica permite distinguir mediante efectos cromáticos, algunos aspectos de la microestructura de los materiales conectados a la presencia de fases minerales o compuestos químicos cuales por ejemplo la natokite, la cuprite, la malachite, típicos productos de degradación presentes en la pátina de bronce arqueológicos.

Preparación de muestra para el análisis en el MEF

Para analizar el interior de los fragmentos por medio del Microscopio Metalográfico, se ha seccionado los fragmentos realizando un corte transversal que permitirá ver el interior de los mismos, estos fueron montados en un ángulo de 90° en briquetas de resina al frio.

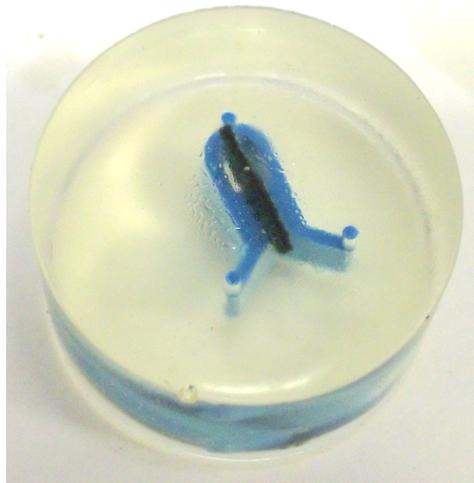


Figura 2.5: Fragmento de la tumba 14 en resina.

La resina utilizada es resina epoxi de la marca Buelher (EPOTHIN RESIN, BUELHER) con el endurecedor de la misma marca (EPHOTIN, BUELHER), se mezclaron en relación de

100 partes de resina y 39 de endurecedor (en peso), esta mezcla se vierte en los recipientes de plástico previamente embadurnados en el interior con un polímero, el cual permitirá que no se adhiera la resina al envase, en el interior se coloca el fragmento metálico sujeto con una pequeña pinza de plástico, se vierte la mezcla anterior y se deja endurecer por aproximadamente 12 horas.

Al tener las muestras en la resina endurecida, estas deben pasar por un proceso de desbaste fino y pulido de la superficie, para asegurarnos que la resina no impida la visión de la muestra, quedando las muestras como la figura (2.5).



Figura 2.6: Moledor-pulidor vector/beta marca Buehler.

El equipo utilizado para el pulido de la superficie de resina, es un Moledor-Pulidor vector/beta de la marca Buehler, el cual se puede apreciar en la figura (2.6), en el cual se siguió el procedimiento descrito en la tabla (3.1). Luego de estar pulido y enjuagado con agua, inmediatamente es secado con aire comprimido teniendo cuidado con la manipulación de las muestras, es aquí cuando las muestras están listas para ser observadas en el microscopio metalográfico (MEF) Leica MEF4M, el cual se puede apreciar en la figura (2.7).

Este microscopio nos brinda imágenes en campo claro, para observar los metales aún presentes en la muestra, así como también se puede observar en campo oscuro, con el cual se aprecia el estado de oxidación y corrosión de la pieza.

Preparación	Superficie	Tipo de Abrasivo	Lubricante	Tiempo	Fuerza	Velocidad	Rotación
Lijar:	SIC.Papler	P1200	Agua	Hasta la muestra	15 N.	300U/min	Comp.
Estado de Integridad de la muestra	Ultra Pol	MetaDi Supreme 9mm	MetaDi Fluid	5 min.	15 N.	150U/min	Contra.
	Verdu Tex	MetaDi Supreme 3mm	MetaDi Fluid	5 min.	15 N.	150U/min	Contra.
Etapa del pulido final	Chemoo Met	Master Met 2''		1-2 min.	15 N.	150U/min	Comp.

Cuadro 2.1: Procedimiento de pulido de las muestras en resina.



Figura 2.7: Microscopio Metalográfico Leica MEF4M

2.2. Análisis con Rayos-X

Los rayos-X son ondas electromagnéticas con longitud de onda comprendida entre los 10 y 0.01 nm (100 – 0,1 Angstrom), su longitud de onda (λ) es inferior a la radiación ultravioleta y visible; se producen cuando los electrones que se mueven a gran velocidad y chocan con los átomos de un elemento. Estos rayos-X pueden dar lugar a dos tipos de espectro: *continuo* y *característico*

En un tubo moderno de rayos-x existe un alto vacío ($10^{-2} - 10^{-3}$ Pa). Posee, generalmente, un filamento de tungsteno (W) como cátodo; el cual es el emisor de electrones. El ánodo está formado por una placa de metal, de alta pureza y buen conductor de calor; para este caso el utilizado en

FRX es de plata (Ag) y el de DRX es de cobre (Cu), que actúan como blanco para los electrones.

Cuando el filamento se calienta al paso de una corriente, se emiten electrones que se aceleran hacia el ánodo, esto por la alta tensión aplicada a través del tubo. Los rayos-X se generan cuando los electrones chocan contra el blanco (ánodo). Su naturaleza depende del blanco metálico y del voltaje aplicado.

El filamento incandescente, por el paso de una corriente eléctrica controlada, emite electrones; los cuales, acelerados por una elevada diferencia de potencial, van a bombardear el ánodo que emite radiación-X continua y característica del metal del cual está constituido. La emisión de radiación viene seguida de la creación y llenado de las vacancias por parte de los electrones de los niveles más externos. Seguido de estas transiciones los átomos emiten radiación de la frecuencia de los rayos-X. Golpeando el ánodo, gran parte de la energía del rayo de electrones se transforma en calor, pero menos del 1 % de ello es remitido bajo la forma de rayos-X, es entonces necesario disponer un adecuado sistema de refrigeración del ánodo, de lo contrario, en breve tiempo se vería recalentado al punto de evaporizarse.

Los rayos-X salen del tubo atraviesan cuatro ventanas ortogonales entre sí, constituidas por un material grueso y transparente a los rayos-X (comúnmente berilio), para impedir la pérdida de vacío en el tubo.

La producción y manejo de los rayos-X, nos permite aplicarlos para distintas técnicas de análisis, entre ellas la técnica de fluorescencia de rayos-X (FRX) y la técnica de difracción de rayos-X (DRX), para ampliar el conocimiento sobre los rayos-x, su producción e interacción, se recomienda revisar la Rivista del nuovo cemento indicada en la bibliografía [6], así como también [13] [15].

2.2.1. Fluorescencia de Rayos-X (FRX)

La técnica de fluorescencia de rayos-X consiste en bombardear los átomos de la muestra a estudiar, que por principio de mínima energía debe encontrarse en estado fundamental ¹, con un haz de fotones de rayos-X, una pequeña parte de la energía se invierte en la producción del espectro característico de rayos-X de los elementos que componen la muestra bombardeada. El proceso de producción de este espectro característico puede esquematizarse del modo siguiente (fig.2.9):

- **Excitación:** el choque de un fotón X incidente con un electrón de las capas internas del átomo, produce la expulsión de dicho electrón quedando el átomo en estado de excitado.
- **Emisión:** este átomo en estado excitado tiende a volver inmediatamente a su estado fundamental, para lo cual se producen saltos de electrones de niveles más externos para cubrir el hueco producido. En este proceso hay un desprendimiento de energía, igual a la diferencia de energía de los niveles entre los que se produce el salto electrónico, en forma de radiación electromagnética correspondiente a la región de rayos-X.

¹Estado fundamental: los electrones se encuentran en un átomo ocupando primero los niveles de menor energía, hasta llenar los siguientes niveles y subniveles con los electrones restantes

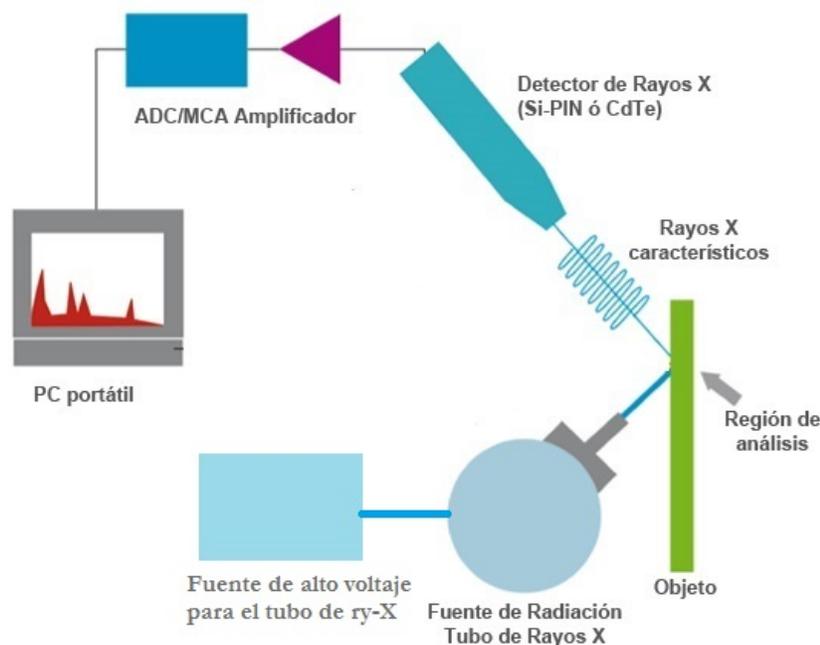


Figura 2.8: Esquema del equipo de fluorescencia de rayos-X

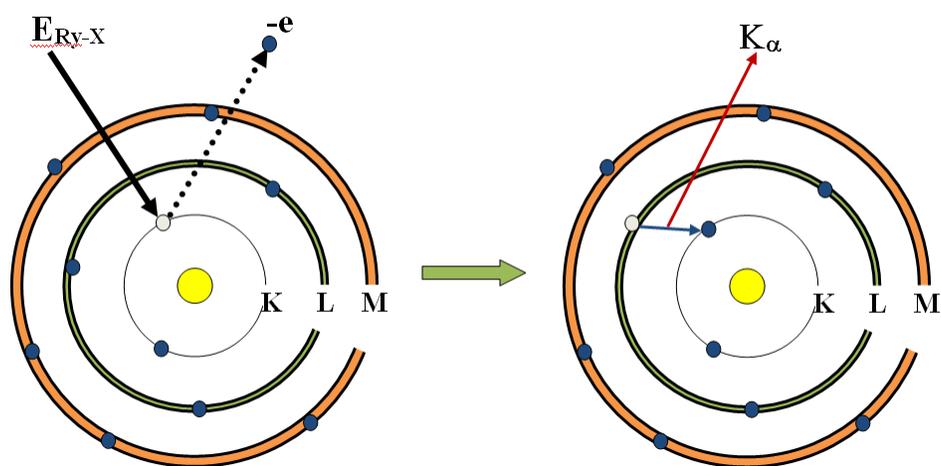


Figura 2.9: Procesos de excitación y emisión

La excitación producida por bombardeo de electrones se le denomina excitación primaria, y a la radiación así obtenida se le llama radiación X primaria. Los tubos de rayos X son fuentes de la radiación X primaria.

Al proceso de excitación con otra radiación X se le denomina excitación secundaria, y la radiación X producida por excitación de otra radiación X se denomina: radiación X secundaria

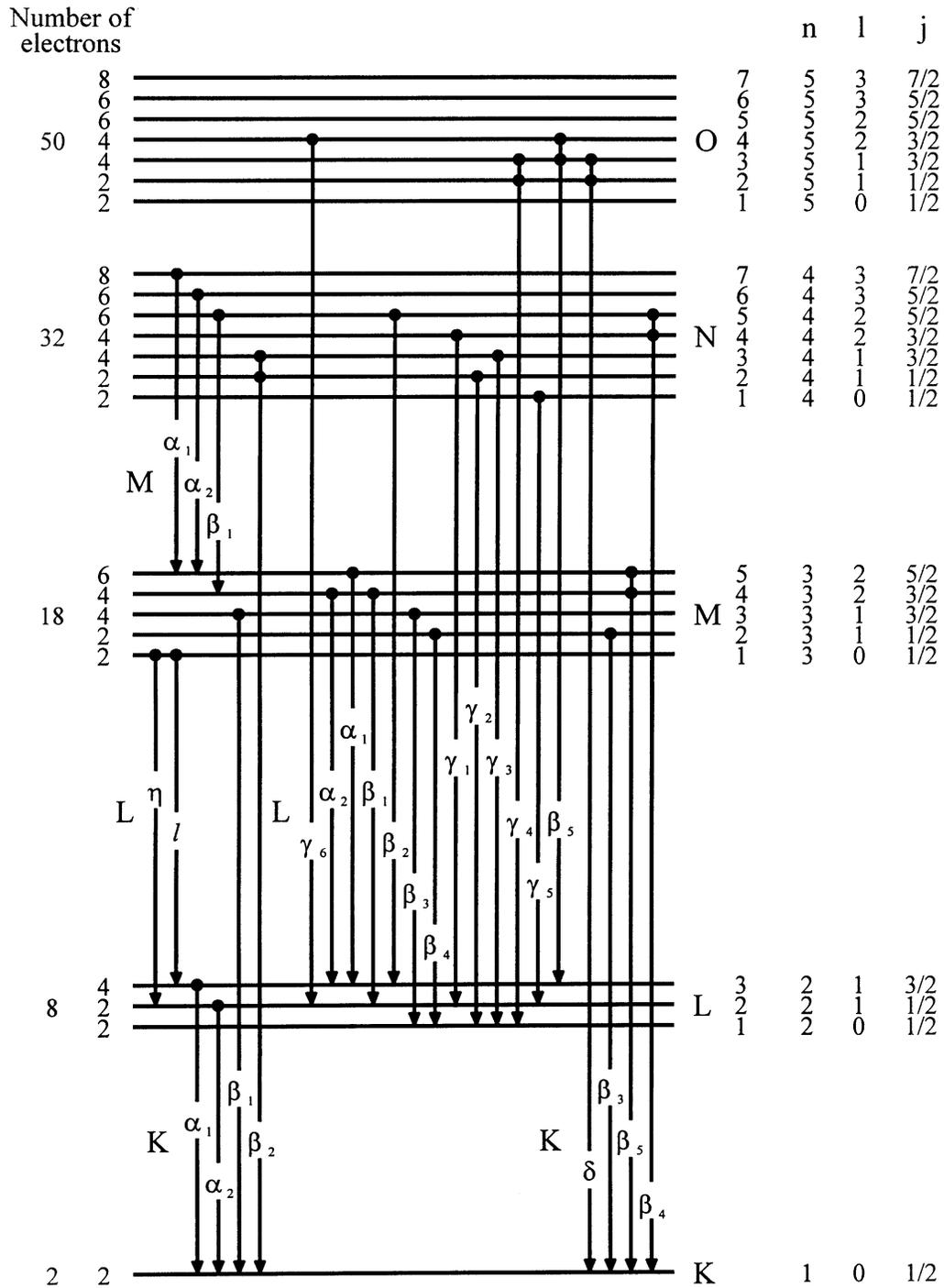


Figura 2.10: Diagrama de los niveles de energía y de las posibles transiciones de rayos-x; así mismo, se muestra el número máximo de electrones para cada capa y los números cuánticos n , l y j .

o radiación de fluorescencia. Es la radiación X secundaria característica la que se utiliza para el análisis químico en los espectrómetros de fluorescencia de rayos-X.

Al ser las energías de los distintos niveles electrónicos características para cada tipo de átomos, la radiación X emitida será característica para cada elemento. En principio no dependerá de la sustancia química en la que se encuentre, ya que estas radiaciones están originadas por transiciones entre los niveles electrónicos internos, cuyas energías no se ven afectadas por el tipo de enlace existente.

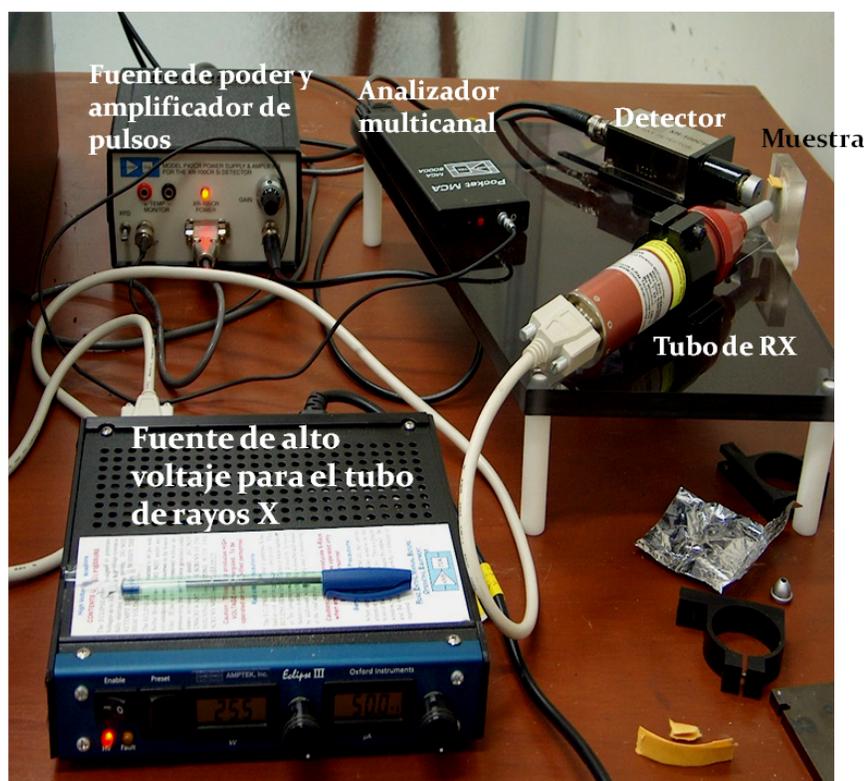


Figura 2.11: Equipo portátil de FRX

Cuando la energía de los electrones que inciden sobre un átomo es igual o mayor que la energía del nivel K, puede producirse la expulsión de un electrón de dicha capa K, las transiciones desde niveles superiores dan lugar a una serie de radiaciones características de longitudes de ondas similares que constituyen la serie K (se denominan K_{α} , K_{β} , ...). Es la serie de mayor energía (menor longitud de onda) (fig.2.10). Si la vacante se produce en alguno de los subniveles de la capa L, las transiciones desde niveles superiores dan lugar a las radiaciones características de la serie L (L_{α} , L_{β} , ...). Lo mismo puede decirse para la capa M.

Aunque el número de radiaciones características posibles para cada elemento es grande, en la práctica la intensidad de muchas de ellas es muy pequeña (probabilidad muy pequeña de que se produzca la transición electrónica que las origina), y no se pueden registrar con los equipos de medida; además, el número de radiaciones que se registran se limita todavía más, debido a que

la diferencia de energía entre algunas de ellas es tan pequeña que aparecen juntas. Esto hace que, en la práctica, el espectro característico de un elemento se deduzca a dos o tres a radiaciones de la serie K, y de cuatro a diez de la serie L. Las radiaciones de la serie M en la zona normal de trabajo únicamente suelen aparecer para los elementos más pesados.

El equipo utilizado para realizar los análisis de fluorescencia de rayos-X, es el que se aprecia en la figura 2.11 de la marca AMPTEK con tubo de rayos-X Eclipse III y detector de silicio-PIN, modelo 100CR. Se trabajó el equipo con un voltaje de 29.9 kV y corriente 15,0 μA ; se utilizó 2 láminas de titanio como filtro, colocadas a la salida del tubo de rayos-X, colocado para la reducción del background.

2.2.2. Difracción de Rayos - X (XRD)

Una de las principales aplicaciones de las técnicas de análisis que utilizan los rayos-X, se basa en el fenómeno de difracción de la estructura de la red cristalina. Esto es posible porque las dimensiones de las distancias interplanales de las sustancias cristalinas son del mismo orden de tamaño que el longitud de onda de los rayos-X.

El fenómeno de difracción está regulado por la ley de Bragg, la cual se puede deducir de manera gráfica desde la figura 2.12.

La hipótesis de Bragg consiste en imaginar la difracción como la reflexión de los rayos-X originada por los planos de átomos de la red cristalina (mostrados como líneas negras en 2.12) y que, debido a la naturaleza repetitiva del cristal, estarían separados por distancias constantes **d**.

Por lo tanto, si un par de haces de rayos-X inciden sobre un conjunto de planos atómicos con un ángulo θ , se reflejarán sobre dichos planos sólo si la diferencia de caminos recorridos por los frentes de onda AB y BC es un número entero de longitudes de onda, lo cual generará que las ondas se encuentren en fase, generando interferencia constructiva:

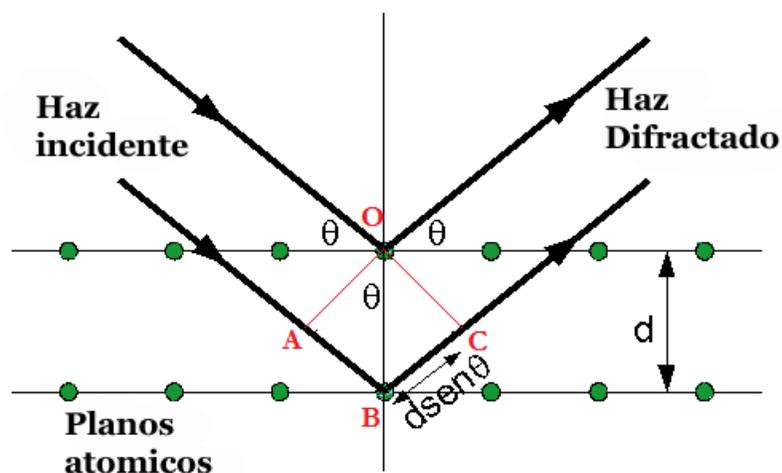


Figura 2.12: Fenómeno de DRX.

$$AB + BC = n\lambda \quad (2.1)$$

$$d \sin \theta + d \sin \theta = n\lambda \quad (2.2)$$

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (2.3)$$

Si se tienen en cuenta la hipótesis de partida y se pone atención a la última ecuación, se puede deducir:

- Los planos atómicos se comportan reflejan los rayos-X sólo en algunas posiciones dadas por:

$$\theta = \arcsin\left(\frac{n\lambda}{2d}\right) \quad (2.4)$$

- Para unas condiciones experimentales dadas (λ y \mathbf{d}) se obtienen valores discretos del ángulo de difracción θ que corresponden a los diferentes valores del número entero \mathbf{n} .
- No hay infinitos órdenes de difracción ($\sin \theta \leq 1$) y su número máximo depende de las condiciones experimentales (cristal y longitud de onda):

$$n_{max} = \frac{2d}{\lambda} \quad (2.5)$$

- Los ángulos de difracción θ depende sólo de la geometría de la red.

La ley de Bragg es muy importante para los fines prácticos, porque permite, conocido el valor de la longitud de onda (λ) del haz de rayos-x incidente y el ángulo de inclinación de los rayos-x (θ), calcular la distancia interplanar “d”.

Un sistema para el estudio de las sustancias por difracción de rayos-X, debe comprender al menos los siguientes componentes:

- Generador de rayos-X: en el cual es acelerado un haz de electrones que bombardean un ánodo, provocando la emisión de rayos-X.
- Monocromador: el más utilizado es de grafito. Su función es disminuir el background, eliminar la señal K_{β} y disminuye el ancho de los picos.
- Colimador de entrada: que tiene la función de reducir la radiación primaria a un haz, lo más paralelo posible, en orientación, dimensión y forma conocida.
- Portamuestra: que permite dar a la muestra una orientación precisa respecto al haz incidente; los modernos equipos disponen de un sistema portamuestra que automáticamente permiten caracterizar en secuencia “n”muestras, para así, utilizar la técnica 24 horas de 24.
- Colimador de salida: elimina todos los rayos-x difusos, de este modo se analiza únicamente aquellos debidos al efecto de difracción sobre la muestra.

- Detector: que recoge los efectos de la difracción y los transforma en señales definidas, medibles y al mismo tiempo archivables, para ser verificados cada vez que se requiera.
- Sistema de amplificación y de digitalización de las señales medidas por el detector.

El difractómetro mide la intensidad de los rayos reflejados y el ángulo de reflexión; el detector, dedicado a este propósito, está puesto de modo tal que si la muestra es rotada en un ángulo θ opuesto del haz de rayos-X incidente, se encuentra posicionado con una angulación de 2θ respecto al mismo haz (fig. 2.13). Por tanto la velocidad de rotación del detector es la doble de la de la muestra; entonces el detector capta solamente los rayos para los cuales se cumple la ley de Bragg.

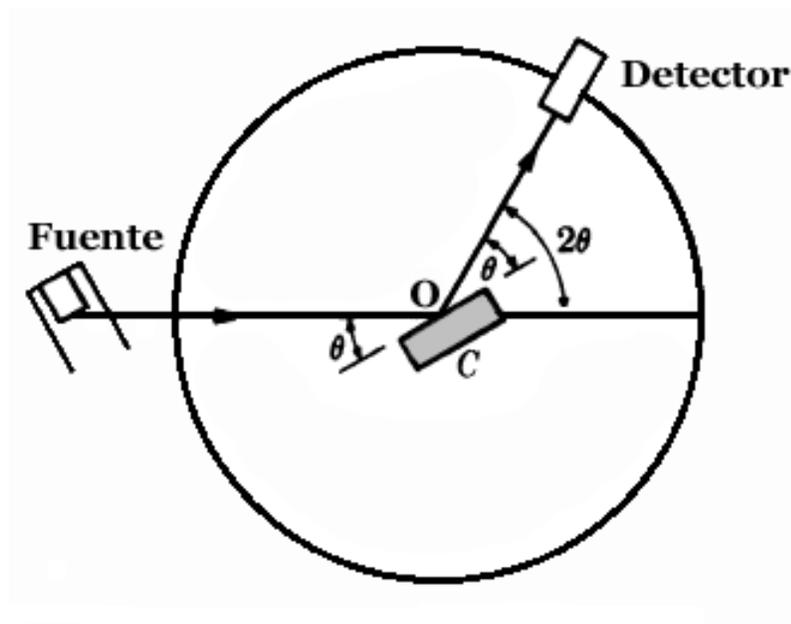


Figura 2.13: Arreglo geométrico del equipo de DRX.

El difractograma es entonces, un registro gráfico secuencial de los efectos de difracción producidos por la muestra en el tiempo, expresado en ángulo de 2θ .

En base a lo explicado, la técnica DRX se utiliza para determinar la presencia en la manufactura de sustancias cristalinas, discriminando las fases amorfas presentes, sustancias que no tienen una estructura ordenada y definida.

Los análisis a las muestras han sido realizados utilizando el difractómetro X Siemens 5000 para polvo con filtro de Ni, fuente $Cu - K_{\alpha}$ con $\lambda = 0,1540556nm$, los datos fueron tomados entre los ángulo $2\theta=10.0 - 80.0$, con un paso de $2\theta=0.02$ y 4 segundos por paso (fig. 2.14). Por tratarse de muestras arqueológicas a las cuales luego se les sometería a diversos análisis, estas muestras no fueron pulverizadas ni tratadas previo al análisis. Los difractogramas obtenidos han sido analizados con el programa Crystallographica Search-Match version 2,0,2,0. software desarrollado por Oxford Cryosystems y utiliza como base de datos el programa PcPdfwin.

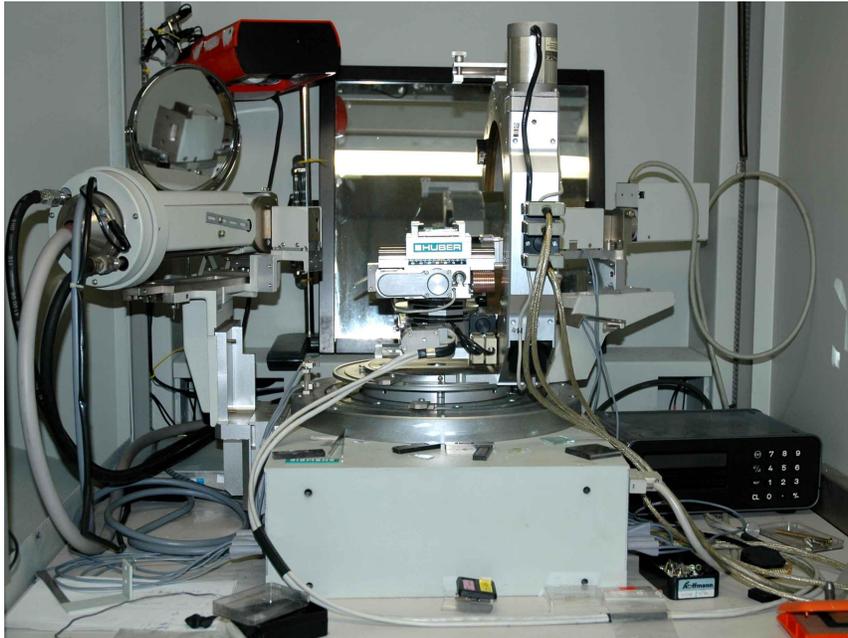


Figura 2.14: Equipo de DRX utilizado.

2.3. Microscópio Electrónico de Barrido (SEM)

El microscopio electrónico de barrido, conocido como SEM por su nombre en inglés (*Scanning Electron Microscope*), es el más utilizado de los microscopio electrónicos existentes, tanto en investigación como en la producción industrial a nivel mundial, esto debido a la rápida obtención de resultados, la información morfológica y la información química que brinda el equipo.

El SEM, a diferencia del microscopio óptico, no utiliza la luz como fuente de radiación, sino más bien un haz de electrones que realizará un escaneo de la muestra, ocasionando múltiples interacciones las cuales se registrarán de acuerdo a los detectores con los que cuenta el equipo, así como también el tipo de estudio que se desee realizar.

Si se desea profundizar en el conocimiento de esta técnica se recomienda los libros [17] [12].

2.3.1. Arreglo óptico

Un microscopio electrónico de barrido consiste en un cañón de electrones y una serie de campos electromagnéticos, lentes y aberturas como se muestra en la figura (2.15). En un SEM, el haz de electrones emitidos por un cañón de electrones se condensa a un haz fino para la exploración de la superficie.

El voltaje de aceleración para la generación de un haz de electrones se encuentra en el rango de 10 a 40 kV.

El camino óptico del SEM, pasa a través de varias lentes electromagnéticas, incluye las dos lentes condensadoras y una lente de objetivo, como se muestra en la figura (2.15). Las lentes

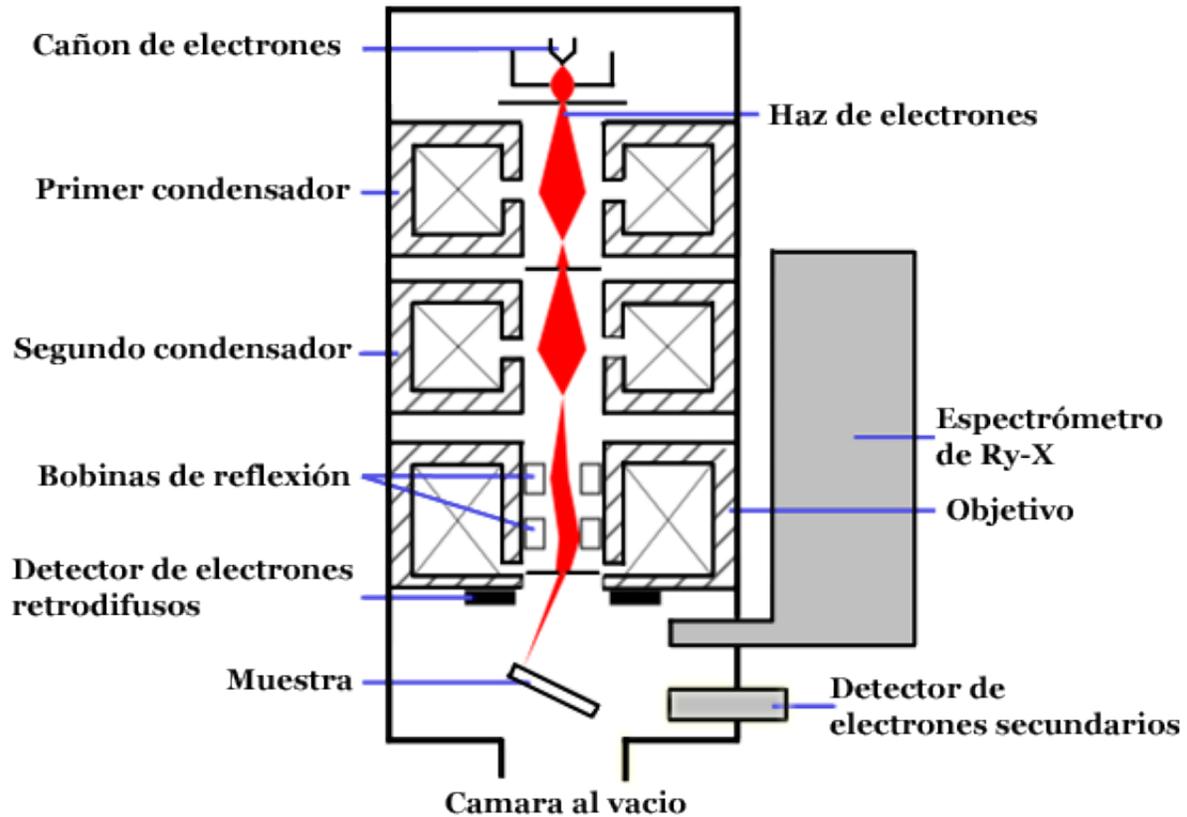


Figura 2.15: Estructura interna de un SEM.

electromagnéticas en un SEM son para la formación del haz de electrones. Las dos lentes del condensador reducen el diámetro de cruce del haz, luego, la lente del objetivo centra el haz de electrones como un haz de diámetro en escala nanométrica.

El escaneo es operado por un sistema de desviación del haz, incorporado en la lente del objetivo del SEM. El sistema de desviación mueve el haz sobre la superficie de la muestra a lo largo de una línea y luego se desplaza el haz a una posición en la línea siguiente para la digitalización, de modo que una trama rectangular se genera en la superficie de la muestra. Los electrones emitidos por la muestra son recogidos por un detector, se amplifican y se utilizan para reconstruir una imagen.

2.3.2. Interacción del electrón con la materia

Al incidir el haz de electrones sobre la materia, se producen una variedad de señales, las cuales se indican en la figura 2.16, en una región determinada; todo dependerá de los detectores que tenga el equipo SEM con el que estemos trabajando para realizar los análisis. La mayoría de equipos SEM utilizan detectores de electrones secundarios, electrones retro-dispersados y un

espectrómetro de rayos-x de energía dispersiva.

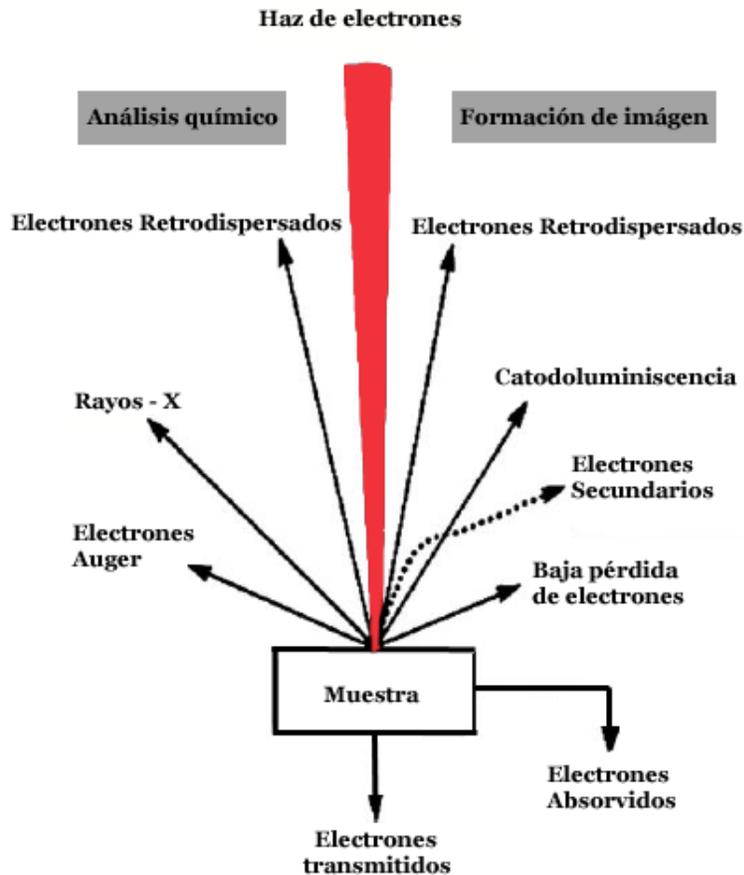


Figura 2.16: Interacciones producidas por la incidencia del haz de electrones sobre la muestra.

■ Electrones Secundarios

Son aquellos electrones generados por el haz de electrones primario en la capa superficial de la muestra, con una energía menor o igual a 50eV, se encuentran aproximadamente de 2 - 5 nm en materiales metálicos y de 5 - 50 nm en no conductores, esta profundidad variará según el voltaje aplicado; también se generan electrones secundarios como resultado de la interacción de los electrones retrodispersados al chocar con el interior de la muestra, generando electrones que llegan a la superficie con baja energía. La detección de estos electrones nos brinda es una imagen de apariencia tridimensional, con la cual se obtiene información morfológica superficial, importante para muchos estudios.

Debido a la baja energía de la señal de los electrones secundarios, el recorrido de los electrones son fácilmente influidos por los campos eléctricos o magnéticos locales, por lo

cual este detector está equipado con un colector sesgado positivamente para atraer a las pequeñas partículas.

■ **Electrones Retro - Dispersados**

Estos electrones emergen con una cantidad de energía significativa a la del haz incidente, generalmente con el 50 a 80 % de la energía del haz, estos electrones son producidos en zonas más profundas que los electrones secundarios, con una energía mayor de 50eV, las micrografías resultantes de esta detección, son imágenes morfológicas planas en escala de grises, las cuales nos brindaran información sobre las distintas fases presentes en la muestra, caracterizadas por su número atómico, fases con mayor número atómico se verán en tonalidades claras o blancas, mientras que las fases con menor número atómico, se presentaran como zonas oscuras en tonos grises oscuros o negro.

Los electrones retrodispersados tiene una alta energía comparada con los electrones secundarios, por lo que en gran medida no se ven afectados por la carga de los electrones secundarios. Con los electrones retrodispersados se puede obtener información química elemental sobre una muestra a analizar.

■ **Rayos-X de energía dispersiva**

La generación de rayos-X se produce de forma continua a medida que el haz de electrones explora e interactúa con la muestra, expulsa un electrón de la capa interna del elemento que lo compone, se reordenan los electrones que quedan en el átomo ionizado, y a medida que buscan resultados más bajos en energías, se genera rayos-X característicos del elemento, para esto el SEM debe estar equipado con un espectrómetro de rayos-X de energía dispersiva (EDS) o un espectrómetro de dispersión de longitud de onda de rayos X (WDS) para así poder recoger y caracterizar cualitativa y cuantitativamente la información elemental acerca de la muestra, ya sea de forma global o puntual.

Las energías o longitudes de onda características, se relacionan directamente con los elementos presentes en la muestra. Es decir, si un haz de electrones interactúa con la muestra y desplaza un electrón de la capa "K", es posible que un electrón de la capa consecutiva "L" cubra la vacante. La transición del electrón de la capa "L" a la capa "K" genera un "K_α" de rayos-X específico para el elemento presente en la muestra. Otras transiciones de otras capas también puede generar rayos-X característicos, como lo es la transición de la capa "M" a la capa "K", que se obtiene un "K_β" de rayos-X.

Usado en conjunto con un SEM, el microanálisis de rayos-X no sólo puede identificar la presencia de un elemento o elementos, sino también puede identificar la ubicación aproximada de los elementos de la muestra a través de mapeo de áreas o mostrar un espectro. La recolección de los rayos-X pueden tener lugar simultáneamente con otros modos de SEM y es no destructiva para la muestra.

Preparación de muestra para análisis en el SEM

Para analizar las piezas por el microscopio electrónico de barrido, los fragmentos en resina deben ser recubiertos por un material conductor, el cual ayudará en la definición de la imagen que obtendremos, con ello, se mejora la observación de los detalles en las muestras. El recubrimiento es necesario para que la muestra se vuelva conductora, de tal modo que el haz incidente no deje cargada la muestra, así sea posible generar un paso de electrones a tierra. Para el análisis realizado se utilizó dos hebras de hilo de carbono, para realizar el recubrimiento el equipo utilizado es el mostrado en la figura 2.17, es un equipo de recubrimiento por pulverización, el cual se realiza en alto vacío (aprox. 10^{-4} Pa.).

Existen otros microscopios electrónicos de barrido, los cuales cuentan con la tecnología de no necesitar el recubrimiento conductor, por contar con un detector ambiental, lo cual afecta en la calidad de imagen que se obtiene.

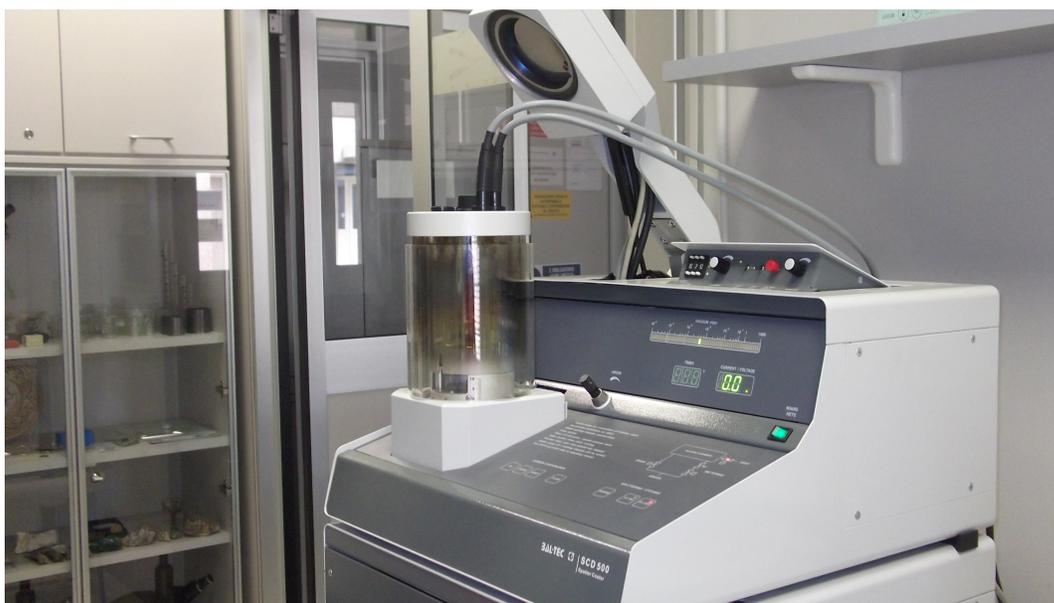


Figura 2.17: Fotografía del recubridor por pulverización.

Al ser recubiertas las muestras, se encuentran preparadas para ser analizadas por el microscopio electrónico de barrido (SEM). El equipo utilizado para estos análisis es un LEO 1530 Gemini del Istituto per lo Studio dei Materiali Nanostrutturati del Consiglio Nazionale della Ricerca in Pianabella di Montelibretti - Roma, el cual se muestra en la figura 2.18.



Figura 2.18: Fotografía del microscopio electrónico de barrido utilizado.

Capítulo 3

Análisis y Resultados

3.1. Muestra metálica de la tumba 14:

Recordemos que el fragmento metálico proviene de los triángulos alargados de la parte inferior de la vestimenta del sacerdote guerrero. Para la caracterización de este fragmento se realizarán análisis en la parte externa de la muestra.

Las micrografías tomadas por el estereomicroscopio (fig. 3.1) nos permite apreciar que la muestra se encuentra en mayor proporción oxidada, por lo cual se ve de color verdosa, además se observa una sección dorada, en el lado denominado como anverso, lo cual da indicio de tratarse de una pieza que originalmente correspondía a una aleación con oro o un recubrimiento con oro.

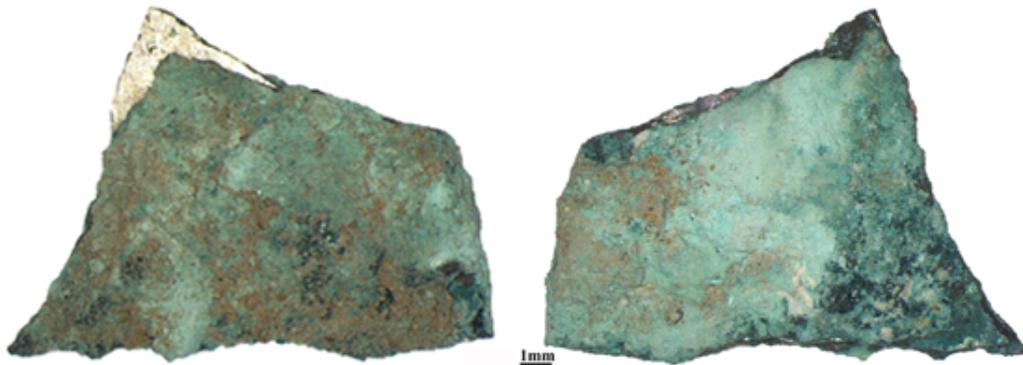


Figura 3.1: Micrografía óptica de la muestra 14.

La manufactura en análisis mide aproximadamente 14.9 mm de largo y 10.6 mm de alto, medidas que han sido calculadas tomando como patrón la escala dada por el microscopio y utilizando el programa Photoshop.

Con el estereomicroscopio multifocal se observó que la zona verdosa perteneciente a la pátina, cubre la manufactura que originalmente debió ser dorada (fig. 3.2), a pesar de ello, la aún existencia de superficie dorada nos da indicios de que podría ser un recubrimiento con oro o



Figura 3.2: Sector dorado del fragmento de la tumba 14.



Figura 3.3: Pátina superficial verdosa del fragmento de la tumba 14.

tratarse de un cobre dorado. En la figura 3.3 se pueden observar los cúmulos originados por la oxidación y corrosión de la muestra, estos son de coloración verdosa clara, así como en los sectores de bajo relieve, se presenta de color café o negro.

Para conseguir información referente a los elementos químicos presentes en el fragmento, se tomó el espectro de fluorescencia de rayos-X de la superficie de la muestra (fig. 3.4), el cual solo permitió apreciar la presencia de cobre en la superficie de la muestra, sin poder darnos mayor

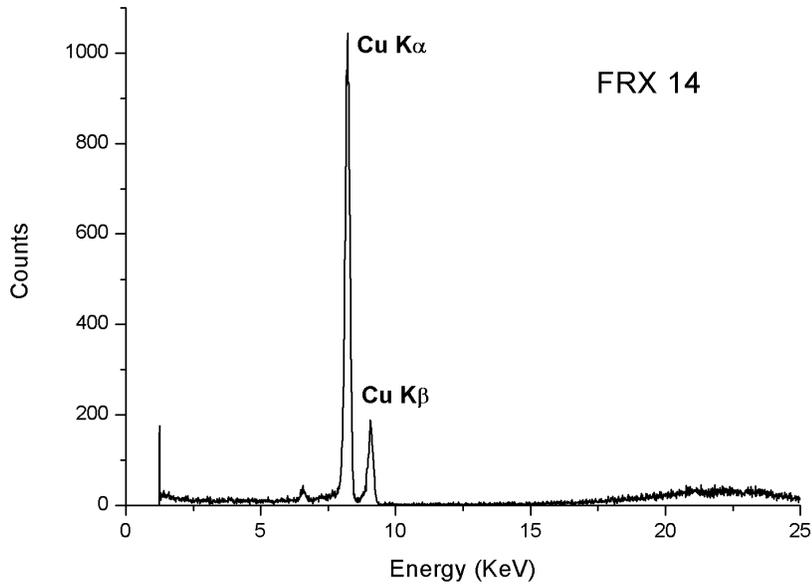


Figura 3.4: Espectro de FRX de la muestra 14.

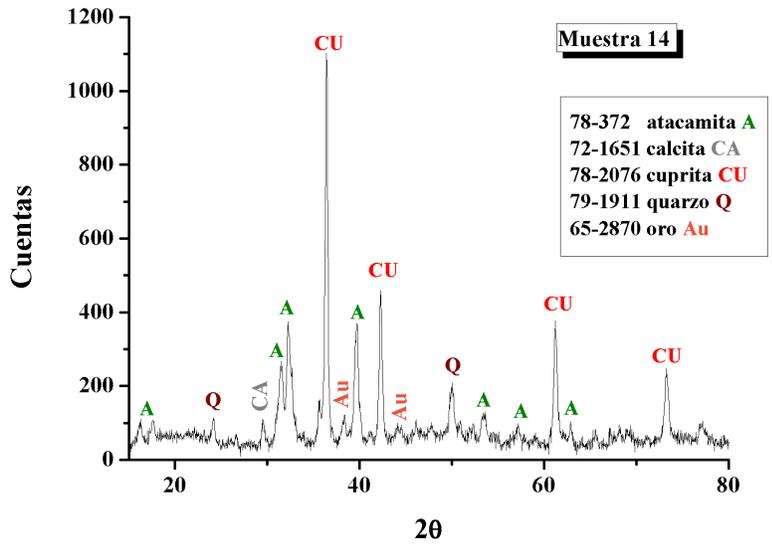


Figura 3.5: Difractograma de la muestra 14.

información de la misma; las líneas de energía características identificadas son $Cu - K_{\alpha}=8.04$ keV y $Cu - K_{\beta}=8.93$ keV. Por ello se realizó el análisis por difracción de rayos-X (fig. 3.5) el cual permitió identificar la presencia de cuprita (Cu_2O), atacamita ($Cu_2Cl(OH)_3$), cuarzo (SiO_2), calcita ($CaCO_3$) y oro (Au) en la muestra.

Estudios sobre la sección interna del fragmento permite caracterizar mejor la manufactura, es por ello que, analizando el núcleo en campo claro (fig. 3.6), se puede apreciar las dos finas capas de recubrimiento dorado en la muestra, que posiblemente sean de oro, por el color amarillo encendido que presenta y el hecho de no haberse oxidado con el paso del tiempo, distribuidas de forma homogénea a lo largo de la pieza, que; conociendo las técnicas de lograr superficies doradas (Apéndice A.1), nos indica que no se trata de un recubrimiento mecánico, por la uniformidad que presenta, con las siguientes técnicas de análisis se buscará aclarar el tipo de recubrimiento realizado.

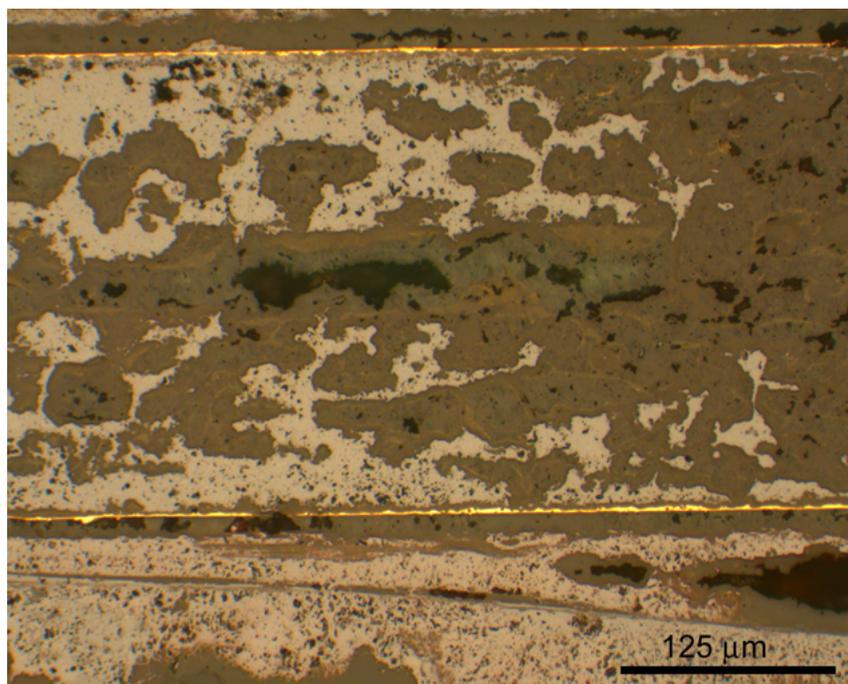


Figura 3.6: Imagen en campo claro del núcleo de la muestra 14 con aumento de 200x.

En lo observado referente al núcleo, se aprecian sectores en forma de islas, las cuales se encuentran bordeadas con líneas amarillas intensas y brillantes, las que posiblemente sean de oro perteneciente a la aleación original de la pieza, realizando un acercamiento de ello se puede apreciar en la figura 3.7, la cual muestra estos rasgos dorados.

Un análisis en campo oscuro, permitirá la observación de las distintas fases de oxidación y corrosión de la pieza, es por ello que en la figura 3.8; se puede apreciar el núcleo de la muestra con forma de islas, las cuales son en su interior de coloración verdosa, en el exterior de las islas, en todo el interior de la pieza, se encuentra en tonos marrones y rojizos, colores característicos de la oxidación del cobre. En la zona externa, lo correspondiente a la pátina, se encuentra una

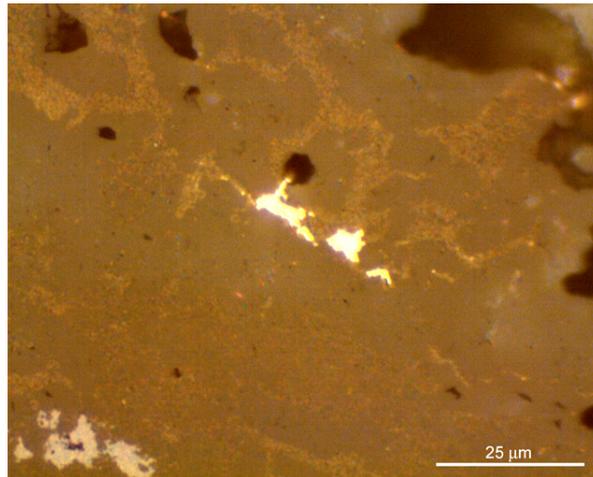


Figura 3.7: Imagen en campo claro del núcleo de la muestra 14 con aumento de 1000x.

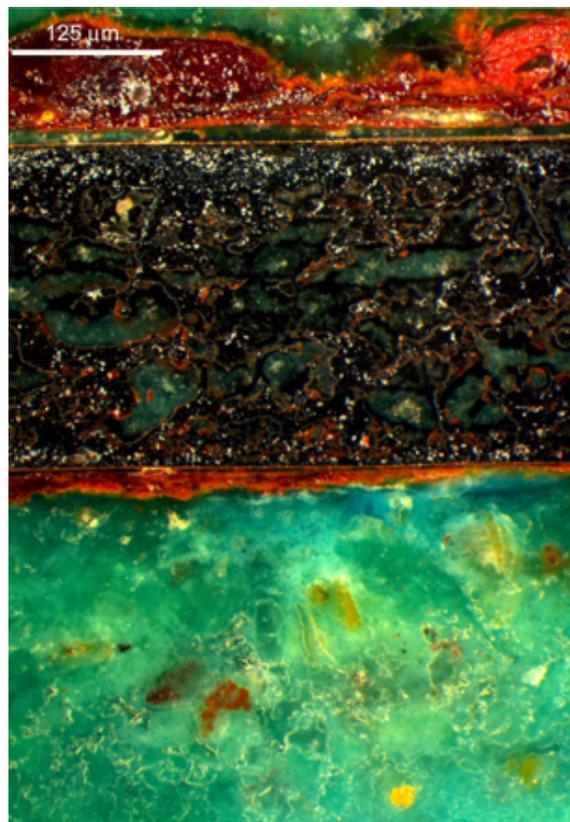


Figura 3.8: Interior de la muestra 14 en campo oscuro con aumento de 200x.

capa rojiza, próxima a las capas de recubrimiento, sobre la cual se encuentra una capa verdosa de mayores dimensiones.

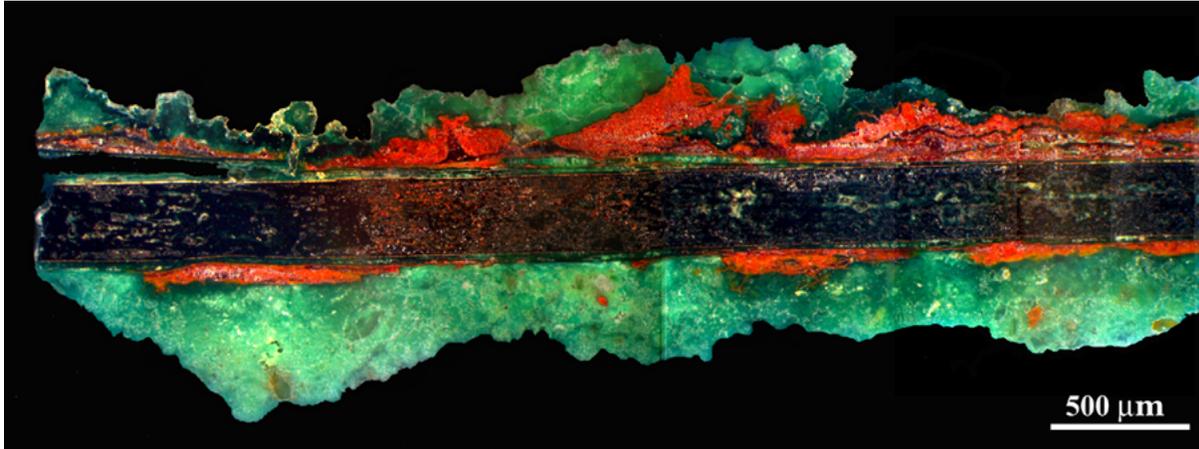


Figura 3.9: Imagen de la muestra 14 en campo oscuro con aumento de 50x.

Una micrografía de menor aumento y mayor campo de observación (fig.3.9) permite observar que el núcleo se encuentra en avanzado estado de oxidación. Por la coloración que presenta se deduce que es una aleación con mayor cantidad de cobre, a la cual se le realizó un recubrimiento dorado.

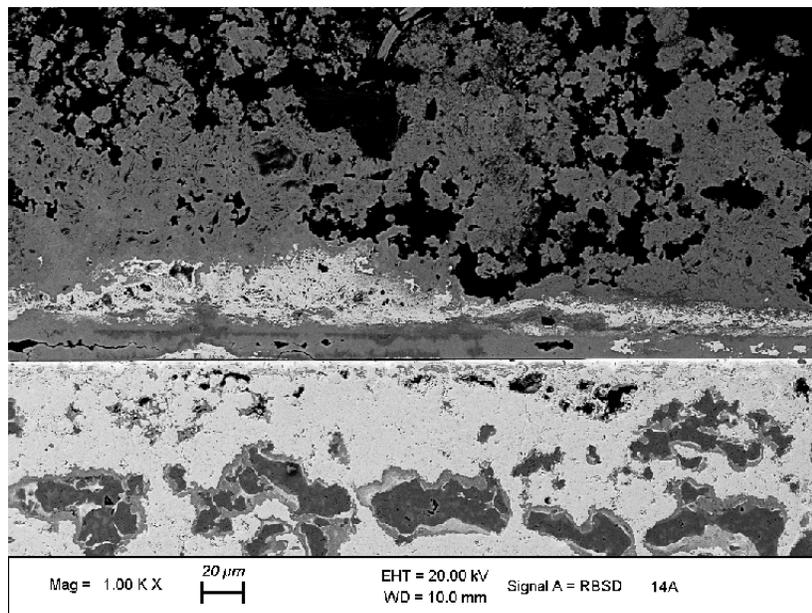


Figura 3.10: Imagen de la pátina y parte del núcleo de la muestra 14.

Para mejor estudio del núcleo de la manufactura, se analiza por el microscopio electrónico de barrido (SEM), la micrografía obtenida (fig. 3.10) nos muestra la capa dorada observada en el MEF en fondo claro, como una capa blanca homogéneamente distribuida en toda la muestra, la cual luego se procederá a su medida y análisis. Se distingue también en la pátina dos fases; de color gris oscuro la más externa y gris claro la que es próxima al núcleo, los espectros obtenidos del análisis por EDS se muestran en la figura 3.11.

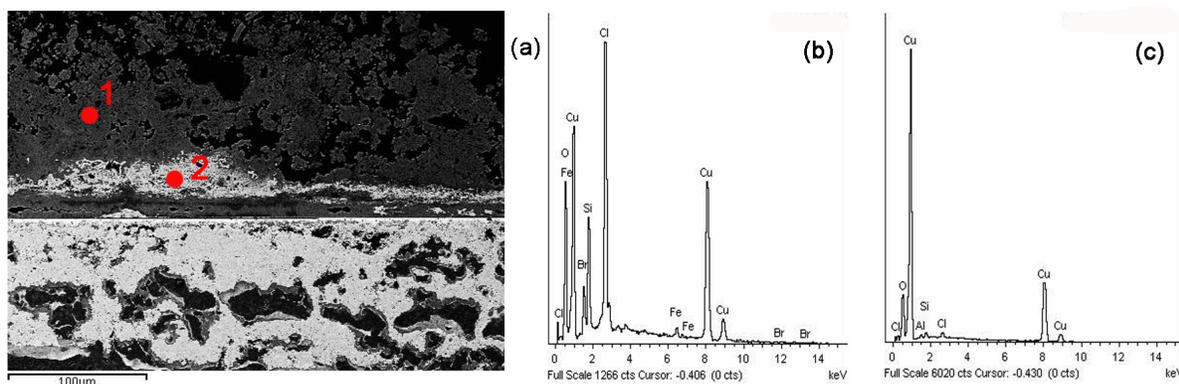


Figura 3.11: (a) Imagen SEM de la pátina de la muestra. (b) Espectro del punto 1. (c) Espectro del punto 2.

Según esto, el sector de la pátina con coloración gris oscura (fig. 3.11-b), muestra que tiene un alto contenido de cloro, cobre y oxígeno, elementos propios de la oxidación del cobre, siendo la abundancia de cloro la cual le da, en este caso, la característica de la coloración verdosa observada en fondo oscuro en el MEF, estos no son los únicos elementos presentes en el espectro EDS, sino también se encuentra silicio, fierro y bromo, los cuales no corresponden al proceso de oxidación del cobre, por lo cual se presumen como impurezas, esta hipótesis se resolverá en el análisis del núcleo de la muestra.

El análisis EDS de la pátina de coloración gris clara (fig. 3.11-c), ha indicado al cobre y oxígeno como elementos predominantes en el espectro, esto indica que se trata de un óxido de cobre, el cual aparece con coloración rojiza en la micrografía obtenida en el MEF en fondo oscuro (fig. 3.9), además de estos elementos, el EDS muestra la también la presencia de silicio y aluminio, que son elementos ajenos al proceso de oxidación del cobre. Para comprobar que estos elementos son ajenos a la aleación, se compararan con los elementos presentes en el núcleo.

La micrografía obtenida del núcleo de la muestra 14 (fig. 3.12-a), presenta una morfología con aspecto de islas, con diversas tonalidades de grises, las cuales se han analizado de forma puntual. Los espectros resultantes (fig. 3.12), muestran que los bordes de las islas tienen alto contenido de oro (fig. 3.12-c), en comparación de los otros espectros obtenidos del interior del núcleo. Del mismo modo, se observa la existencia de algunas zonas de tonalidad gris clara con presencia de plata (fig. 3.12-f). Se realizó un análisis de área (fig. 3.12-b), en el cual, considerando solo los elementos metálicos presentes, se obtuvo: Cu 84 %, Au 9 % y Ag 4 %.

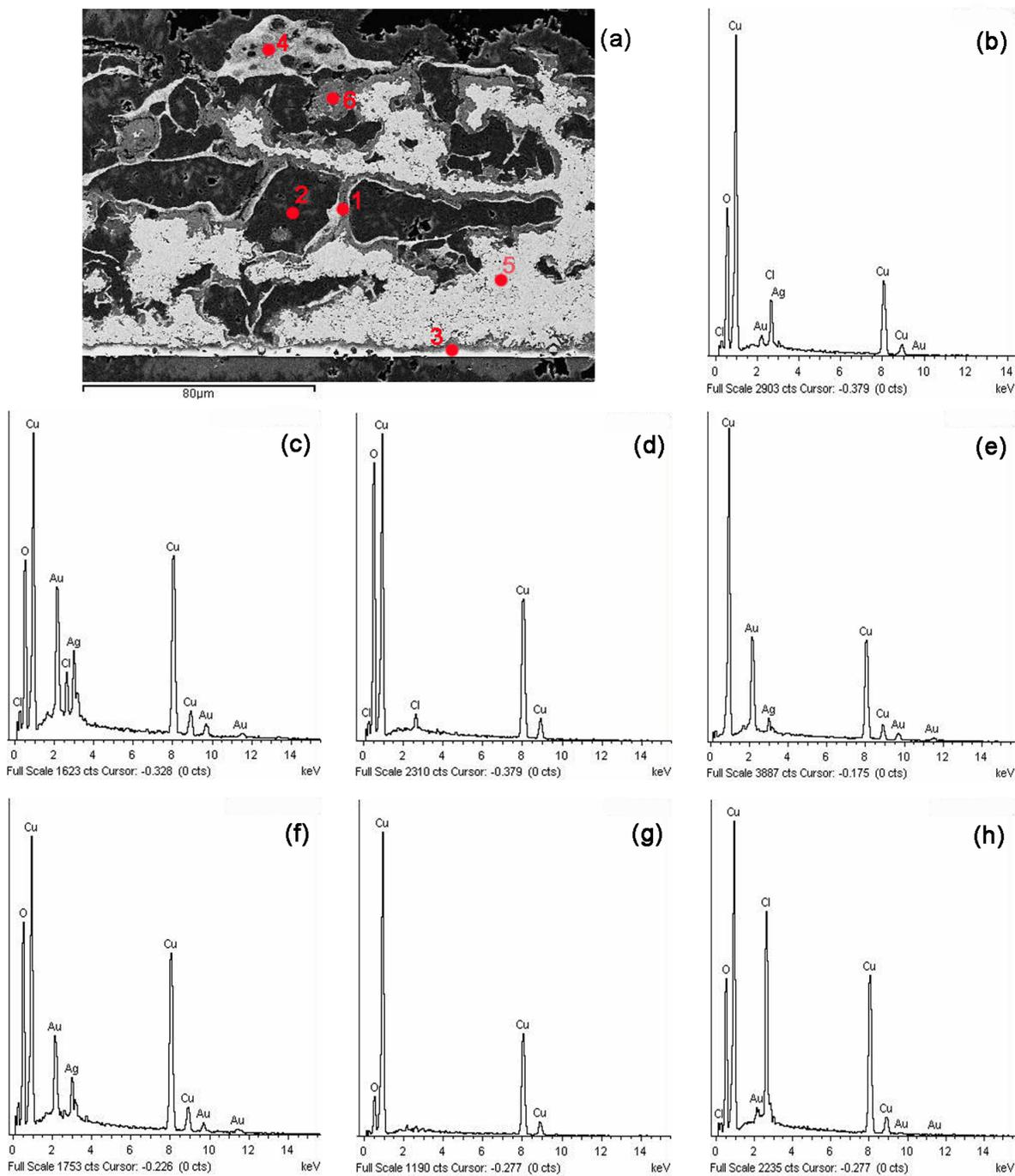


Figura 3.12: (a) Imagen SEM del núcleo de la muestra 14. (b) Espectro de área. (c) Espectro del punto 1. (d) Espectro del punto 2. (e) Espectro del punto 3. (f) Espectro del punto 4. (g) Espectro del punto 5. (h) Espectro del punto 6.

El interior de las islas están formadas por cobre, oxígeno y baja presencia de cloro (fig. 3.12-d), mientras que las zonas de tonalidad gris claro fuera de las islas están compuestas únicamente por cobre y oxígeno (fig. 3.12-g); las zonas de tonalidad gris intermedio muestran cobre, oxígeno y con mayor presencia de cloro que en el caso anterior (fig. 3.12-h). El espectro tomado del recubrimiento dorado (fig. 3.12-e), presenta no solo oro, sino también cobre y plata, los cuales probablemente sean de los alrededores del recubrimiento, puesto que el diámetro del análisis puntual realizado por el equipo es de 1 micrómetro, siendo el recubrimiento dorado de tan solo 0.5 micras como se aprecia en la figura 3.13.

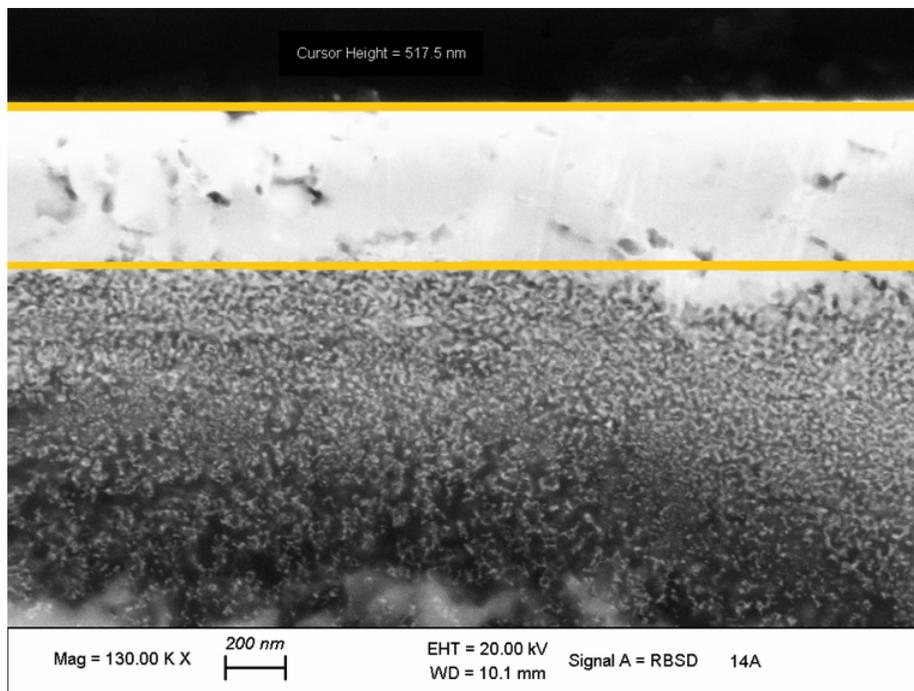


Figura 3.13: Micrografía con la medida de la capa dorada presente en la muestra 14.

Los espectros presentados son característicos y representativos de todo el núcleo, de modo tal que se analizaron todas las tonalidades y por ende, todas las fases presentes en el interior de la muestra 14. Un detalle importante a tener en cuenta sobre el recubrimiento, es que se puede considerar de espesor homogéneo en toda la muestra. También se observa en la figura 3.13 que el recubrimiento y sus alrededores se encuentran compactos, sin desprendimiento, vacíos o burbujas entre el recubrimiento y el resto del núcleo, estas características nos indican que la técnica de manufactura utilizada para volver dorada la superficie es el denominado reemplazo electroquímico.

3.2. Muestra metálica de la tumba 15:

Las micrografías obtenidas del anverso y reverso del fragmento de la tumba 15 (fig. 3.14), muestra zonas doradas en ambos lados de la manufactura, así como sectores de color café o negro, siendo predominante en la pieza la corrosión de coloración verdosa.

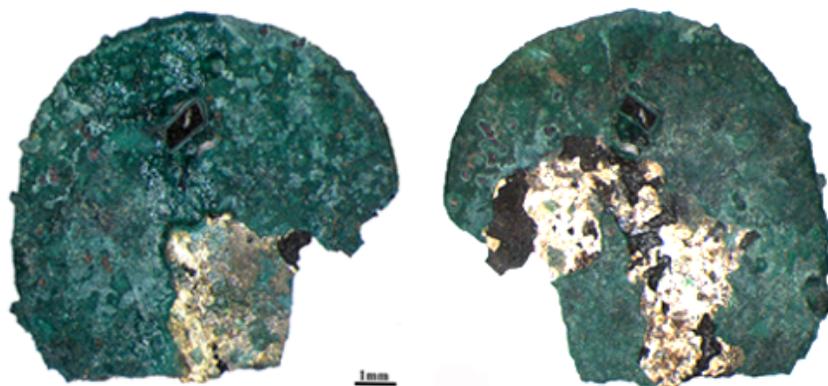


Figura 3.14: Micrografía óptica de la muestra 15.

Esta muestra mide aproximadamente 9,3 mm de largo y 8,3 mm de alto, se ha tomado como patrón la escala dada por el estereomicroscopio y se ha utilizado el programa photoshop.

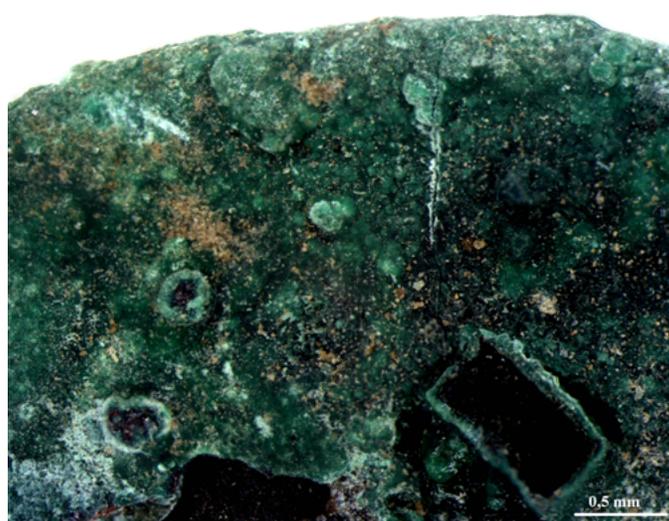


Figura 3.15: Imagen del sector superior del fragmento de la tumba 15.

La figura 3.15, muestra la patina de coloración verde oscuro, así como la superficie irregular con presencia de cúmulos, presentando sectores blanquizcos que son resultado de la reflexión de

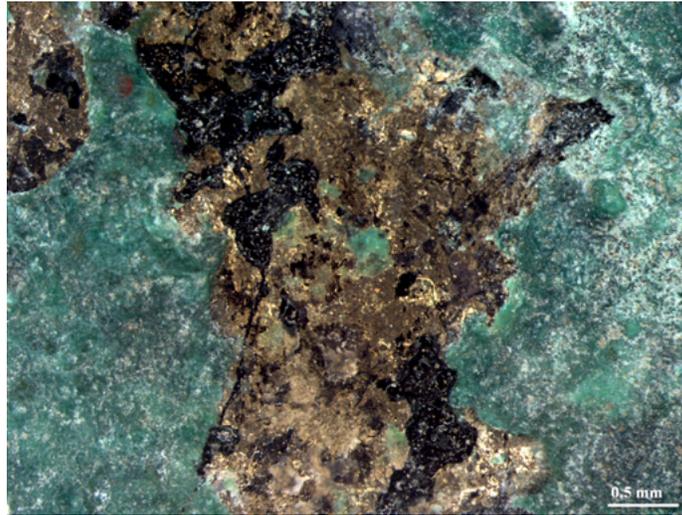


Figura 3.16: Imagen del sector dorado del fragmento metálico de la tumba 15.

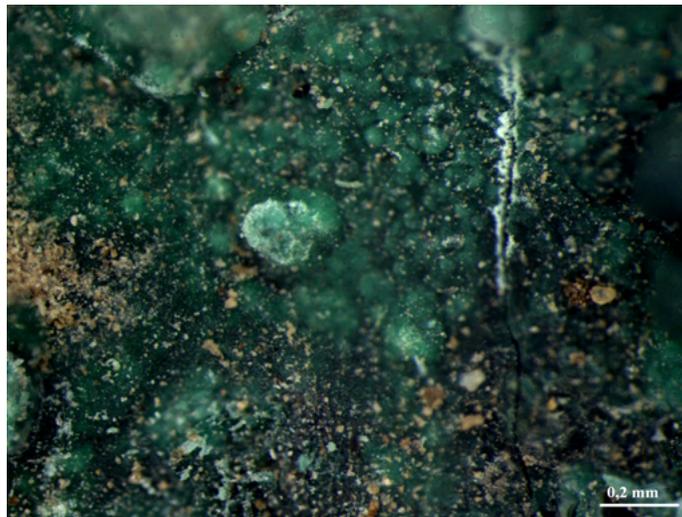


Figura 3.17: Superficie de la pátina del fragmento de la tumba 15.

la luz en la superficie del fragmento, esto debido a que esta manufactura paso por un proceso de consolidación y limpieza.

En la imagen obtenida de la región central de la muestra (fig. 3.16), se observa parte del sector dorado aún presente en el fragmento metálico, sobre el cual se ha generado la pátina verdosa, que en algunos sectores, refleja la luz incidente y se presenta de coloración blanca.

En la figura 3.17 se muestra el acercamiento de la pátina presente en el fragmento, las zonas borrosas nos dan un indicio de que la pátina se encuentra cubierta por alguna clase de polímero, lo cual fue confirmado por arqueólogo responsable, el fragmento pasó por el proceso de limpieza

con tiner y fué recubierto de polivinilo de acetato lo cual protege la muestra de agentes externos.

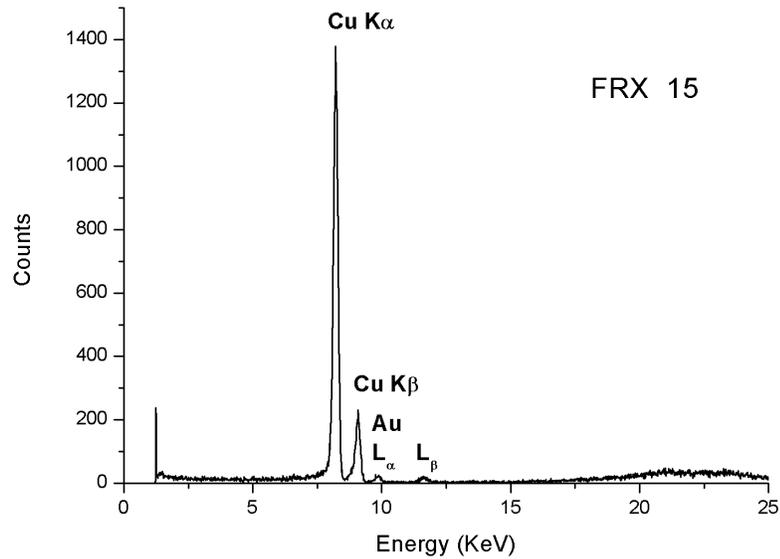


Figura 3.18: Espectro de FRX de la muestra 15.

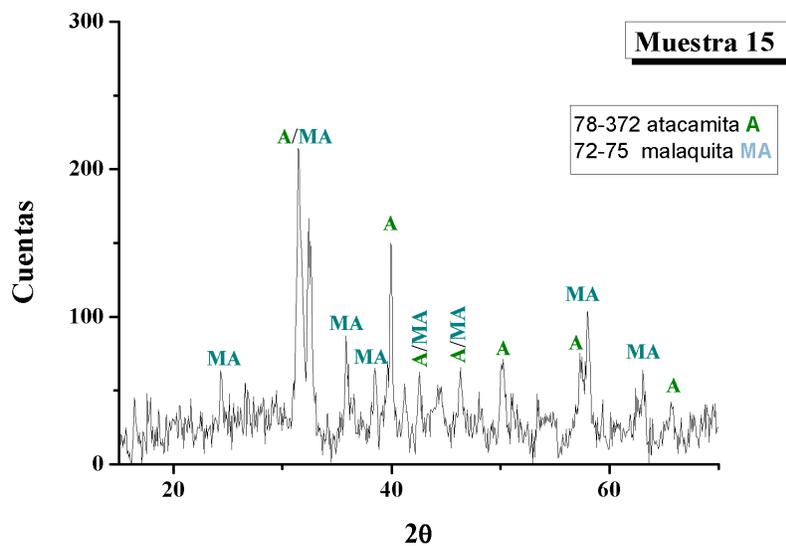


Figura 3.19: Difractograma de la muestra 15.

El análisis superficial con FRX (fig. 3.18), permitió apreciar la abundante presencia de cobre en la pieza, pero también permitió distinguir al oro como elemento presente en la manufactura; las líneas de energía características identificadas son $Cu - K_{\alpha}=8.04$ keV, $Cu - K_{\beta}=8.93$ keV, $Au - L_{\alpha}=9.7$ keV y $Au - L_{\beta}=11.5$ keV. Analizando con DRX (fig. 3.19) se pudo distinguir la atacamita ($Cu_2Cl(OH)_3$) y la malaquita ($Cu_2CO_3(OH)_2$) como fases cristalinas presentes en la pátina.

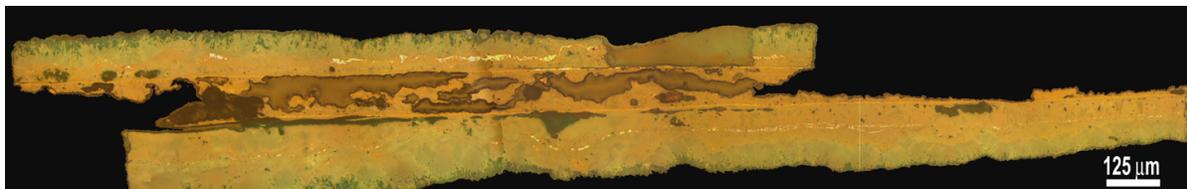


Figura 3.20: Imagen en campo claro de la muestra de la tumba 15, con aumento 200x.

El análisis del núcleo se inició con las micrografías obtenidas en el MEF, la primera de ellas (fig. 3.20) muestra la sección interna de toda la pieza en fondo claro, con la que se observa que el núcleo se encuentra hueco debido a la corrosión de la pieza, perdiendo de esta forma información referente a la técnica de manufactura de la lentejuela.

Al realizar un mayor aumento, se observa en la imagen 3.21, una capa dorada superficial no homogénea en lo que debió ser la superficie de la muestra, sin poder deducir el tipo de recubrimiento.

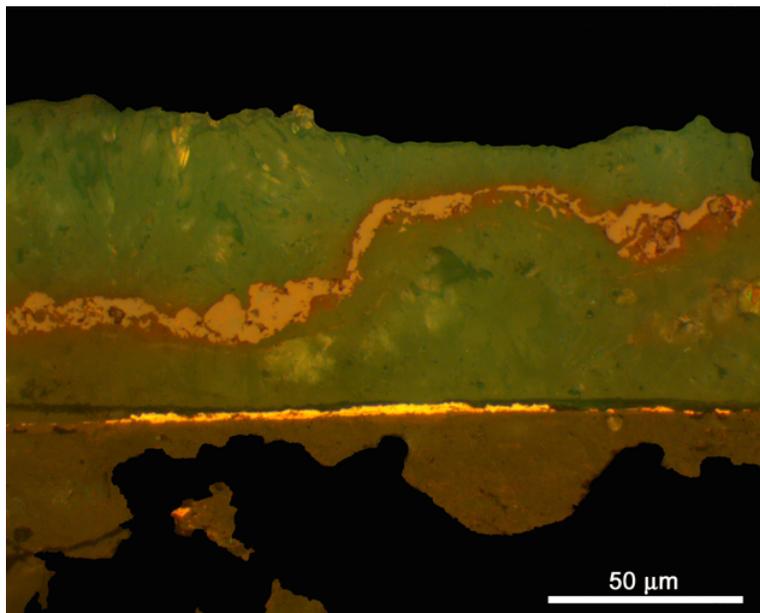


Figura 3.21: Imagen en campo claro del interior de la muestra 15 con aumento de 500x.

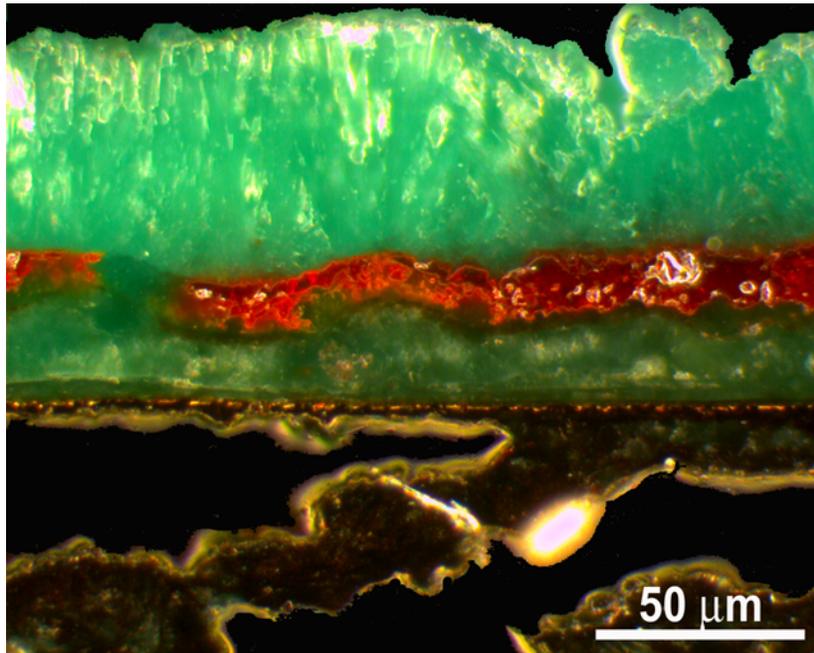


Figura 3.22: Pátina de la muestra 15, fase rojiza, en campo oscuro con aumento de 500x.

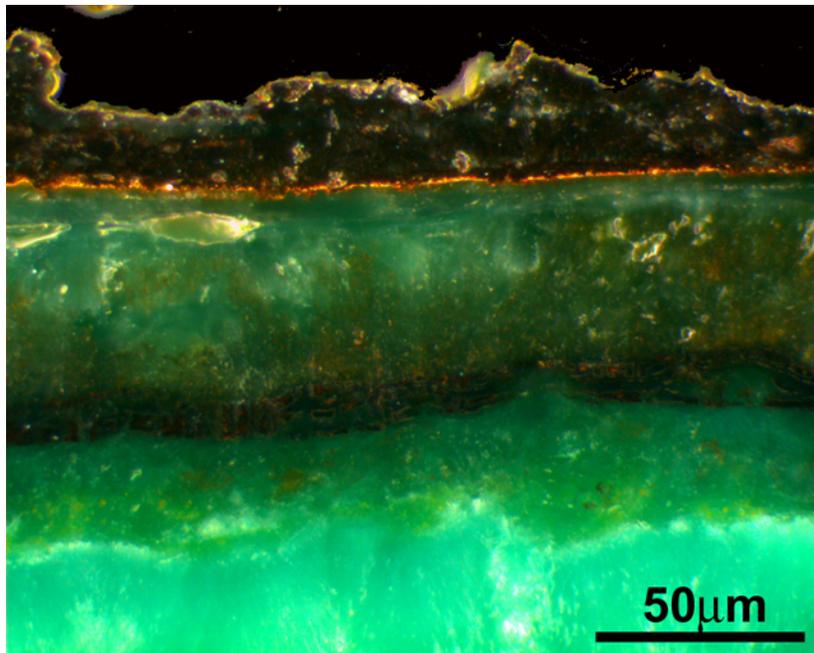


Figura 3.23: Pátina de la muestra 15, fase negruzca, en campo oscuro con aumento de 500x.

Observando la pátina en campo oscuro, se muestra la existencia de una fina fase rojiza en la pátina verde de la pieza (fig. 3.22), la cual no se encuentra distribuida uniformemente en la muestra, siendo en otros sectores de la pátina presenta una fina fase, similar a la anterior, pero caracterizada por su coloración negruzca (fig. 3.23). Además, es apreciable dos tonos de coloración verde en la pátina.

La muestra 15 en campo oscuro (fig. 3.24), nos muestra que todo el fragmento se encuentra corroído, con algunos vestigios de la corrosión existente en el núcleo, la pátina muy bien definida, es en gran medida de coloración verdosa.

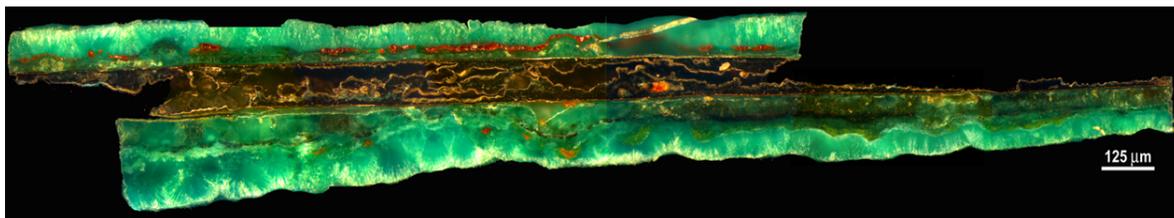


Figura 3.24: Imagen de la muestra 15 en campo oscuro con aumento de 200x.

Como se ha podido apreciar en las imágenes obtenidas en el MEF, esta pieza en su interior se encuentra totalmente corroída y hueca, por lo cual su mayor volumen está presente como pátina. Esta pátina no es homogénea en la muestra, por ello se analizaron, por el SEM, sectores distintos y representativos de la pátina, teniendo las micrografías (fig. 3.25-a y 3.26).

La primera micrografía por el SEM de la pátina (fig. 3.25-a), es de la sección que contiene la fase de coloración rojiza visualizada en el MEF (fig. 3.22), la cual se muestra de color blanco en la micrografía, el análisis puntual EDS de esta fase (fig.3.25-d) nos muestra la presencia de plata, poca presencia de oro y cobre, también presentes en menor cantidad se encuentran el aluminio, silicio y azufre, lo cual, debido al azufre, nos da indicios de tratarse del uso de plata nativa, usualmente encontrada en el norte del Perú como galena argentífera [18], (Ver anexo B.2.1).

En los espectros tomados a la parte más externa de la pátina, correspondiente a los puntos 1 y 2 (fig. 3.25-b y c), solo se observa la presencia de oxígeno y cobre, que por su color verde apreciado en el MEF (fig. 3.22) podemos inferir que se trata de malaquita (Ver anexo B.3.3), sin embargo; ya en el espectro tomado al punto 4 (fig. 3.25-e), se observa notablemente presencia del cloro, posible atacamita (Ver anexo B.3.1), lo cual si se es cuidadoso con la observación de la pátina de la muestra en el MEF (fig. 3.22), se puede distinguir las 2 tonalidades de verde.

Se observó unas delgadas líneas debajo de la capa de plata en la pátina, de tonalidad clara, cuyo espectro EDS (fig. 3.25-f) nos muestra, además de los elementos esperados; plata, cobre, oxígeno y cloro, la presencia de los elementos bromo y silicio de los cuales se desconoce su procedencia.

También se analizó las trazas doradas que se mostraron como recubrimiento del fragmento, que efectivamente contienen alto contenido de oro y cobre, así también la baja presencia de plata, oxígeno y cloro (fig. 3.25-g).

El espectro EDS del sector debajo del recubrimiento (fig. 3.25-h), nos indica un posible núcleo de cobre, puesto que es el único elemento metálico encontrado en este espectro, esto se

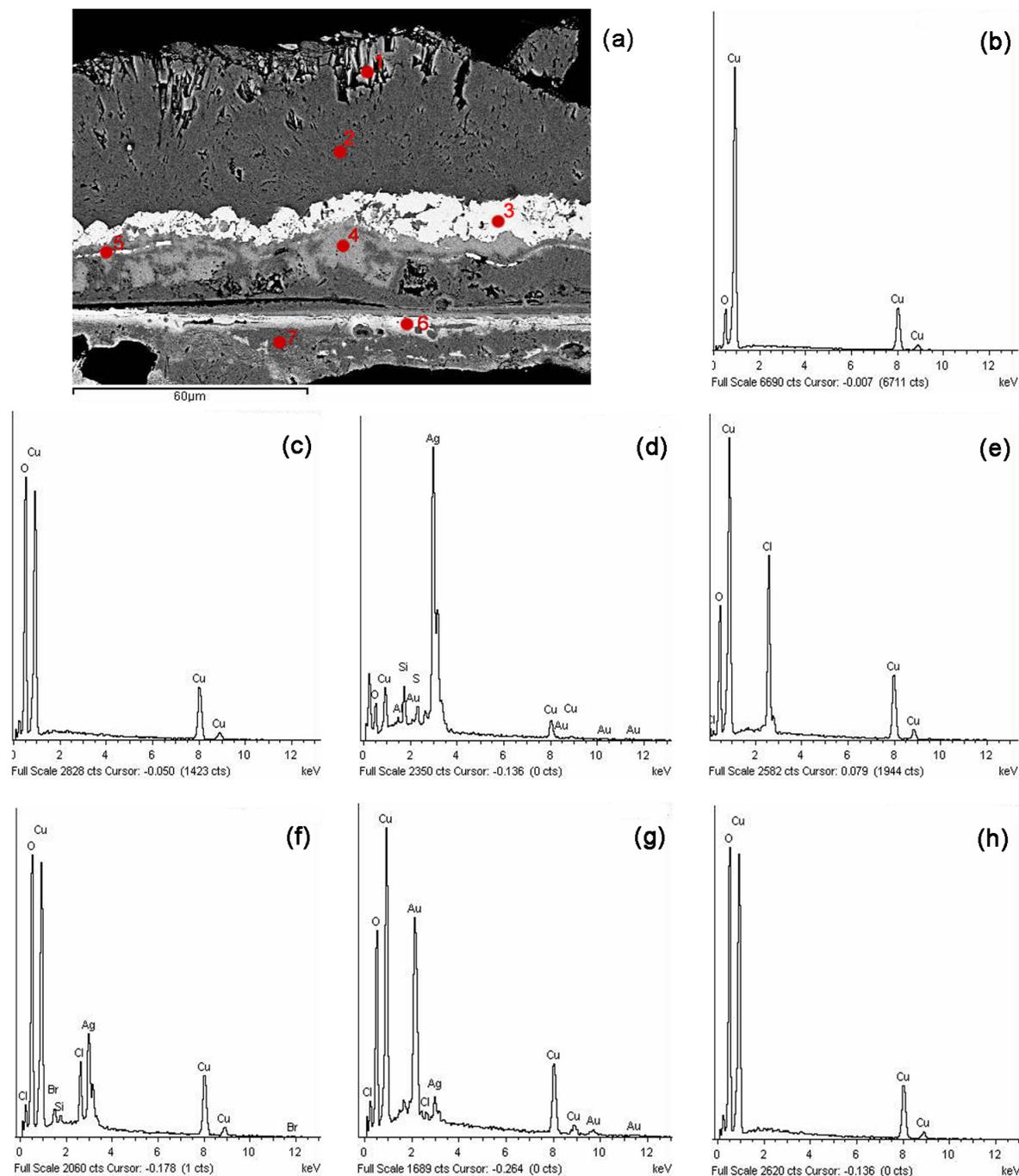


Figura 3.25: (a) Imagen SEM de la pátina de la muestra 15. (b) Espectro del punto 1. (c) Espectro del punto 2. (d) Espectro del punto 3. (e) Espectro del punto 4. (f) Espectro del punto 5. (g) Espectro del punto 6. (h) Espectro del punto 7.

confirmará con el análisis de los vestigios del núcleo.

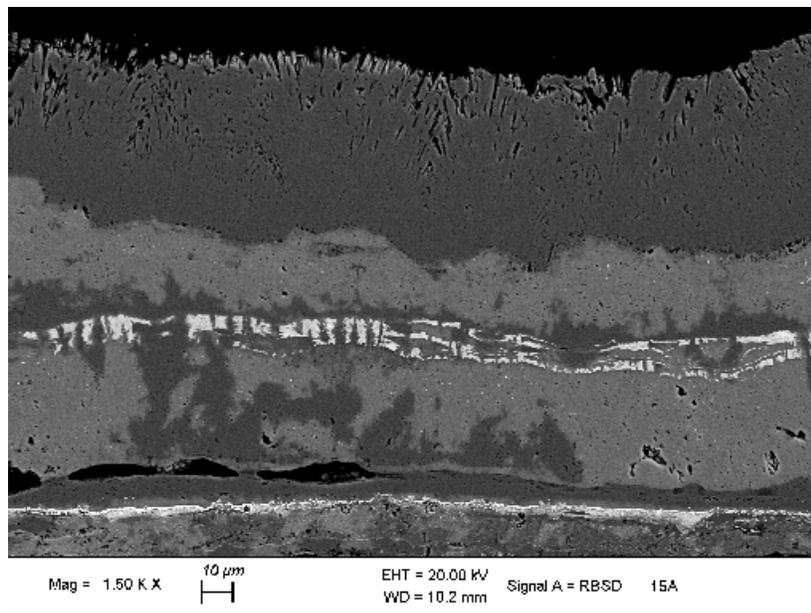


Figura 3.26: Micrografía de la pátina de la muestra 15 con presencia de fase negra.

La segunda micrografía de la pátina (fig. 3.26), es de la sección que contiene la fase de coloración negra visualizada en el MEF (fig. 3.23); esta fase se muestra en la micrografía del SEM como una línea de color blanca entrecortada, el análisis puntual EDS de esta fase (fig. 3.27-d) nos muestra mayor presencia de cobre, seguido del azufre, plata y cloro en menor cantidad, en comparación con la fase rojiza antes analizada (fig. 3.25 -d). Al igual que en la micrografía anterior, la presencia del azufre, nos da indicios de tratarse del uso de plata nativa.

La parte más externa de la pátina nos da un espectro EDS que solo presenta cobre y oxígeno, estos mismos elementos interactuantes, se observan en el punto 5 del análisis (fig. 3.27-b y f), presentando similar tonalidad en las micrografías del SEM. Del mismo modo, los puntos 2 y 4 muestran espectros similares (fig. 3.27-c y e) en los cuales se nos muestra gran presencia de cloro, además del cobre y oxígeno. Las micrografías en fondo oscuro del MEF (fig. 3.23), nos muestra dos tonalidades de verdes para la pátina, esto debido a estas dos fases presentes.

El espectro del recubrimiento dorado (fig. 3.27-g), presente en el fragmento, nos indica la presencia de notable de oro, cobre y plata, pero también se encuentra presente oxígeno y silicio, este último de origen desconocido.

Se tomó un espectro puntual de lo que sería parte del núcleo de la muestra (fig. 3.27-h), en el cual se observa que al cobre en mayor cantidad, acompañado de oxígeno y cloro, con baja presencia de oro.

La micrografía del núcleo de la muestra 15 (fig. 3.28), nos indica que el recubrimiento no es homogéneo en la pieza, se observa como capas, las cuales también se analizaron con EDS.

El espectro dado para el primer punto (fig. 3.29-b), nos muestra que efectivamente la presen-

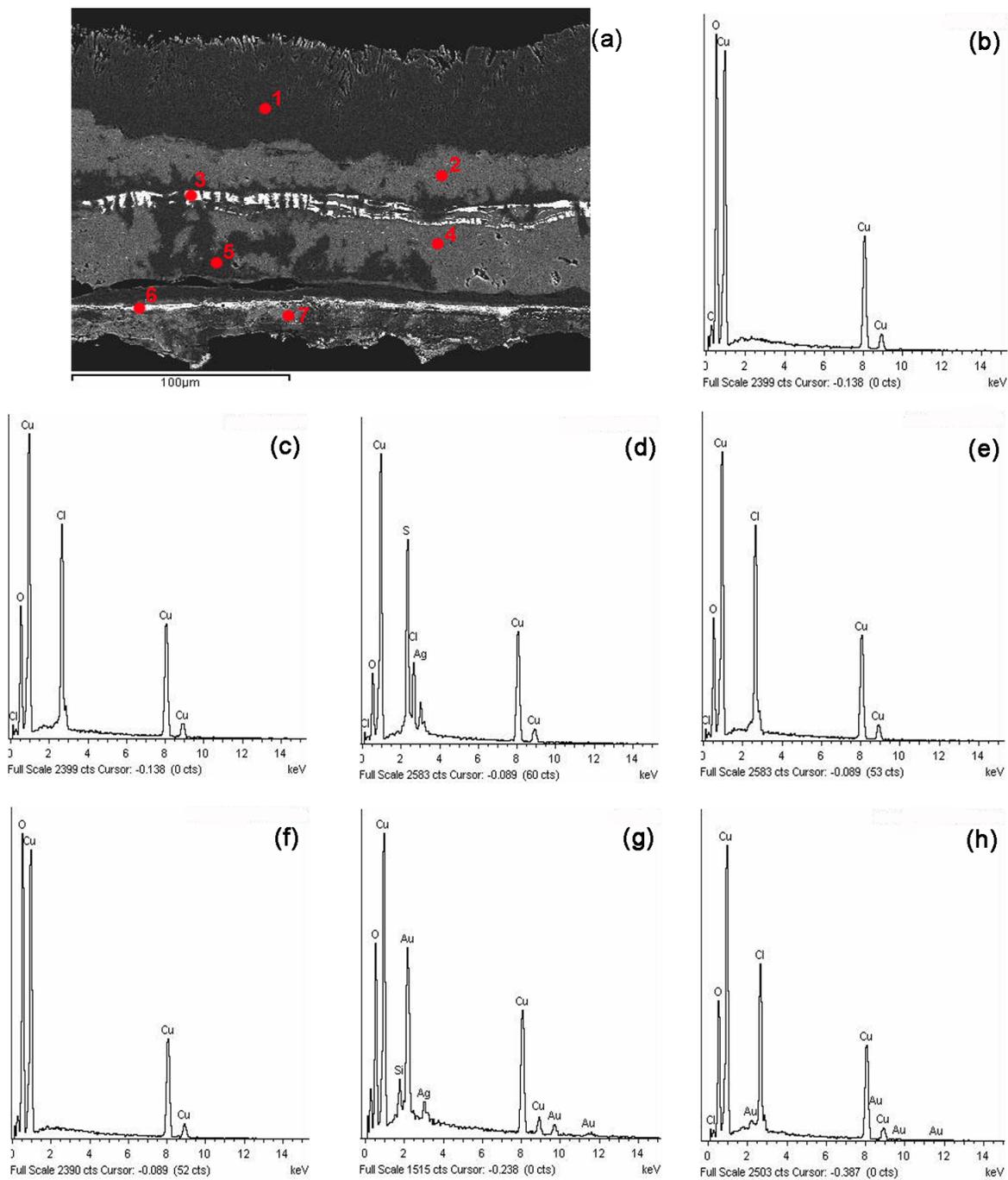


Figura 3.27: (a) Imagen SEM de la pátina de la muestra 15 con fase negra. (b) Espectro del punto 1. (c) Espectro del punto 2. (d) Espectro del punto 3. (e) Espectro del punto 4. (f) Espectro del punto 5. (g) Espectro del punto 6. (h) Espectro del punto 7.

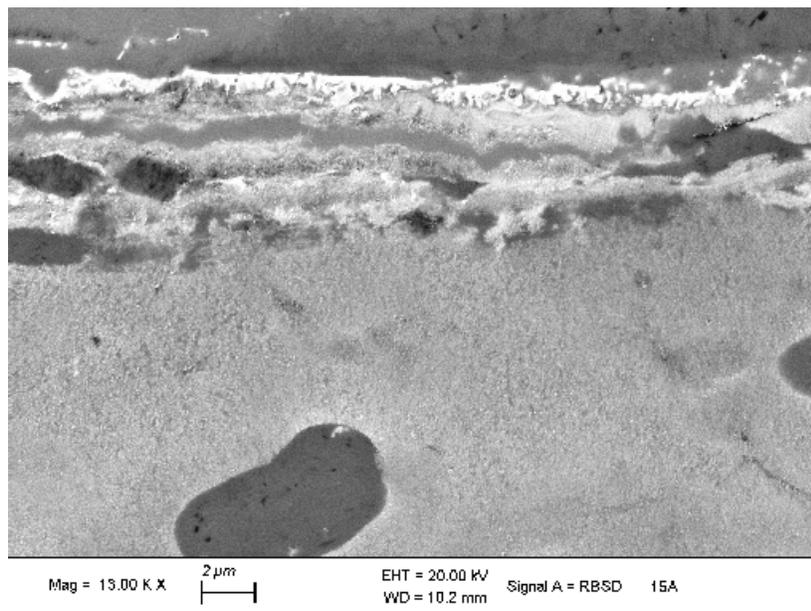


Figura 3.28: Micrografía interior de la muestra 15.

cia de oro en el recubrimiento es alta, pero también se cuenta con cobre y plata, por lo cual es probable que el recubrimiento haya tenido coloración amarillenta pero no con el brillo intenso de los recubrimientos con solo oro.

Se observa la presencia de una línea de tonalidad gris en el recubrimiento, la cual se analizó de forma puntual (fig. 3.29-c), dando en el espectro mayor presencia de cobre, pero aun con buena cantidad de oro y plata, solo que en este caso, también se presenta oxígeno, cloro y silicio, este último ya antes detectado en la muestra en la zona del recubrimiento.

Se observa, en la capa del recubrimiento, zonas de coloración negra. De estas zonas se tomo el punto 3, cuyo espectro (fig. 3.29-d), nos sigue mostrando cobre, oro y plata como metales presentes en este recubrimiento, del mismo modo siguen estando presentes el oxígeno y silicio, pero a diferencia del punto anterior gris, este presenta mayor oxígeno y menor plata. Se analizó el sector del recubrimiento colindante al núcleo (fig. 3.29-e), el cual no presenta silicio en su espectro.

En el análisis puntual EDS propio del núcleo, se mantiene la presencia del cobre, oxígeno, oro y plata, siendo el cobre el elemento con mayor intensidad detectado (fig. 3.29-f). Sin embargo, en el núcleo se presentan sectores de forma redondeada y oscura, los cuales solo presentan oxígeno y cobre (fig. 3.29-g). Con lo cual podemos inferir que se trató de una aleación ternaria de oro, plata y cobre, que la presencia de otros elementos son por oxidación o factores externos.

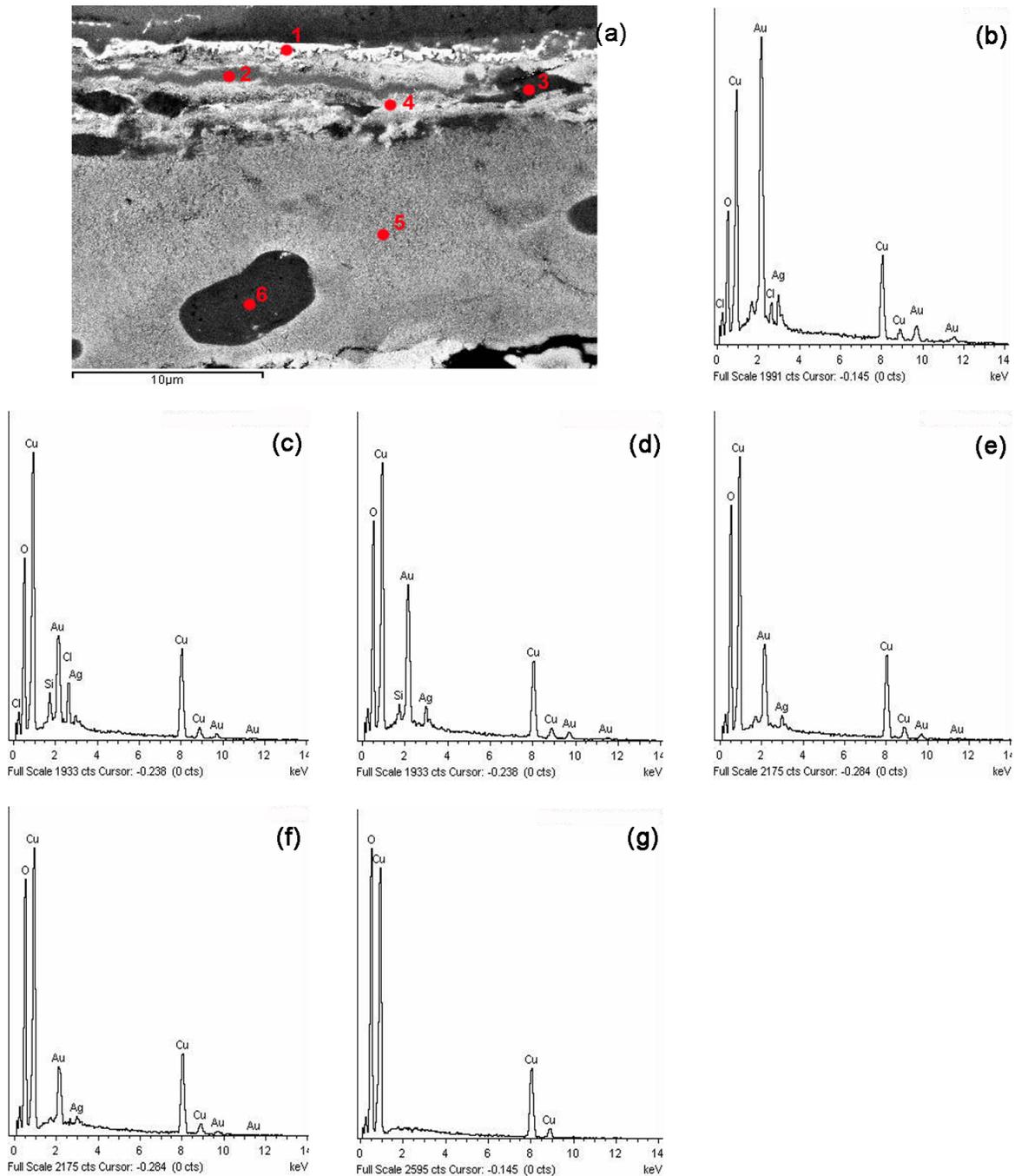


Figura 3.29: (a) Imagen SEM del núcleo de la muestra 15. (b) Espectro del punto 1. (c) Espectro del punto 2. (d) Espectro del punto 3. (e) Espectro del punto 4. (f) Espectro del punto 5. (g) Espectro del punto 6.

3.3. Muestras metálicas de la tumba 16:

De esta tumba se cuenta con dos fragmentos de la misma corona, uno es una lámina plana (16-A) y el otro es un hilo metálico (16-B).

3.3.1. Muestra metálica 16-A:

En la imagen del denominado lado anverso del fragmento metálico 16-A de la tumba 16 (Fig. 3.30), presenta adherido a la superficie un trozo de material orgánico, específicamente textil, a diferencia de las piezas anteriores, este fragmento no presenta, en la observación, alguna zona dorada, toda la pieza se presenta con coloración verdosa.

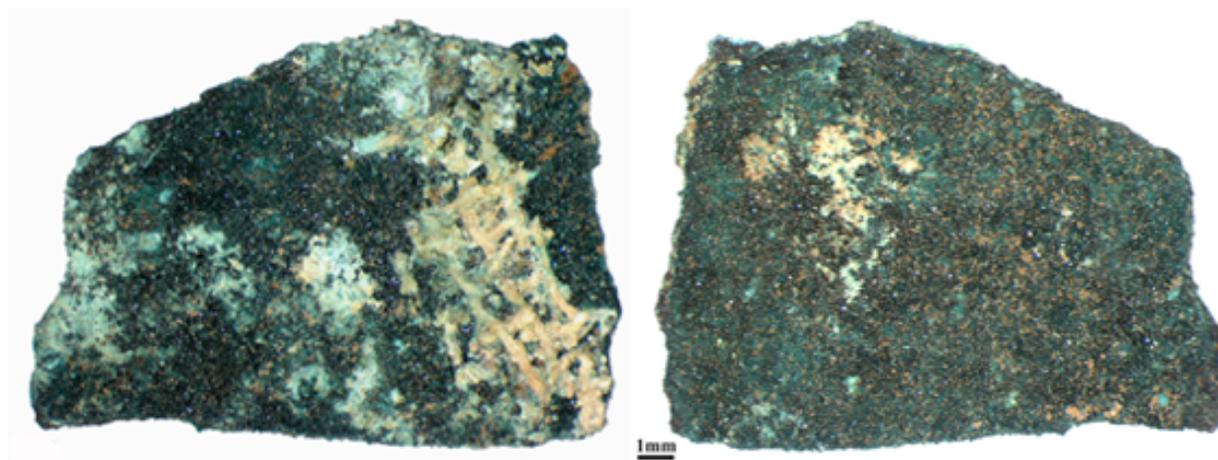


Figura 3.30: Micrografía óptica de la muestra 16-A.

Este fragmento mide aproximadamente 15,5 mm de largo y 12 mm de alto, utilizando como patrón, la escala dada por el estereomicroscopio y el programa photoshop para realizar este cálculo.

En la imagen de la superficie del fragmento denominado como 16-A (fig. 3.31), se observa la pátina verdosa presente en la superficie; así como también, se observa que el fragmento no ha sido tratado con ningún tipo de polímero u otra sustancia.

Por la ampliación que se presenta en la figura 3.32, se puede observar la trama del textil en estado de degradación, así como la pátina verdosa formada debajo del textil, en el fragmento metálico.

Se realizó análisis por FRX a este fragmento presentado en el espectro (fig. 3.33) solo las líneas características del cobre, con lo cual no se tiene mayor información del fragmento; las líneas de energía características identificadas son $Cu - K_{\alpha}=8.04$ keV y $Cu - K_{\beta}=8.93$ keV.

También se realizó el análisis por DRX (fig. 3.34), el cual presentó en el difractograma sólo atacamita ($Cu_2Cl(OH)_3$) correspondiente a la pátina presente.

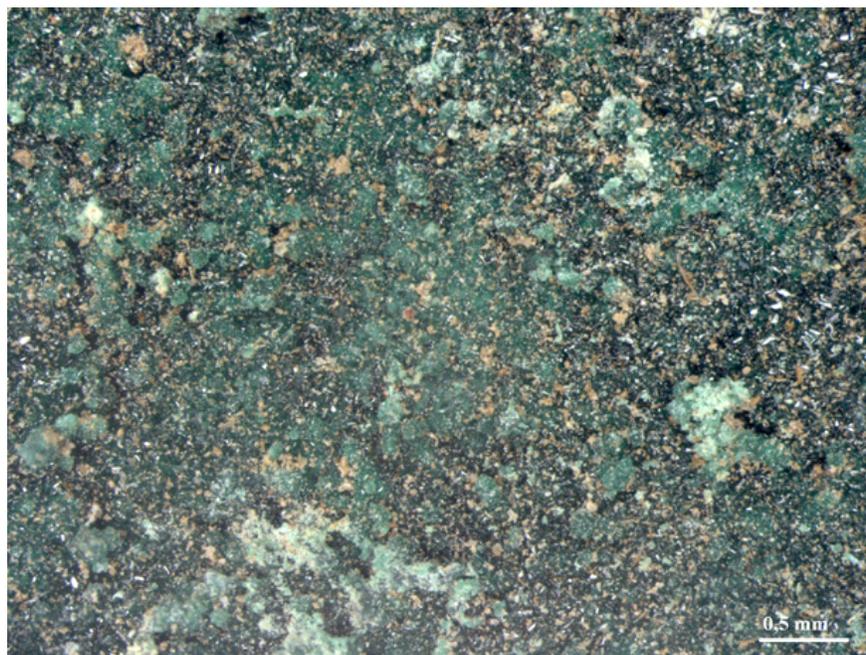


Figura 3.31: Superficie del fragmento metálico “A” de la tumba 16.



Figura 3.32: Ampliación del textil presente en el fragmento “A” de la tumba 16.

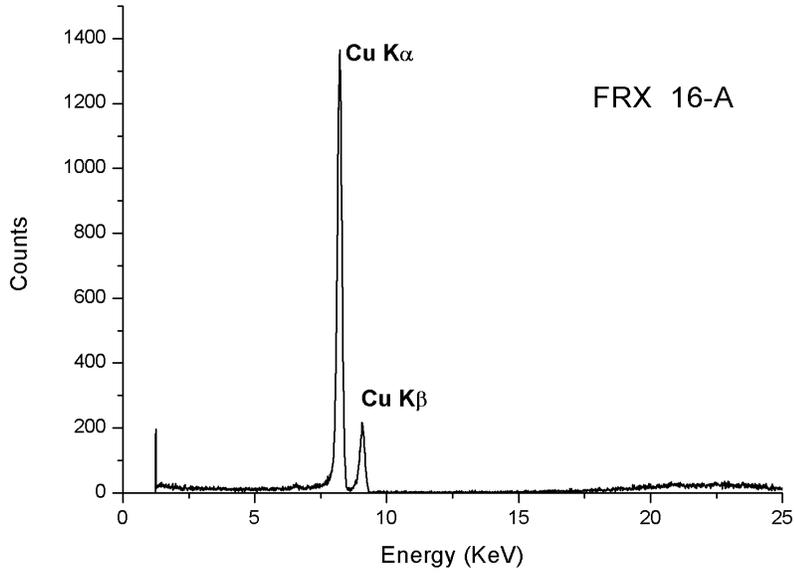


Figura 3.33: Espectro de FRX de la muestra 16-A.

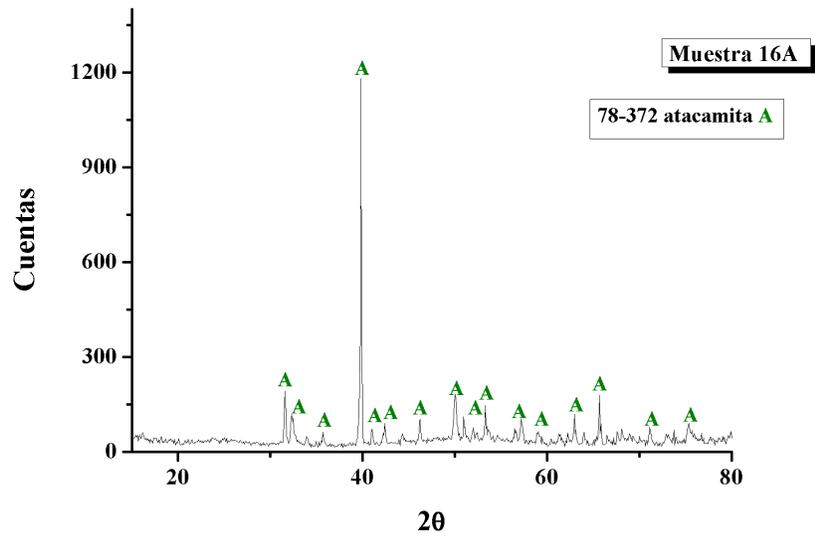


Figura 3.34: Difractograma de la muestra 16-A.

Al analizar el interior con una vista general presentada en la figura 3.35, no se observa a simple inspección, alguna capa metálica de material precioso que haya sido utilizado como material de recubrimiento, así mismo se observa la existencia de algunos huecos dentro del núcleo, esto debido a oxidación del material.

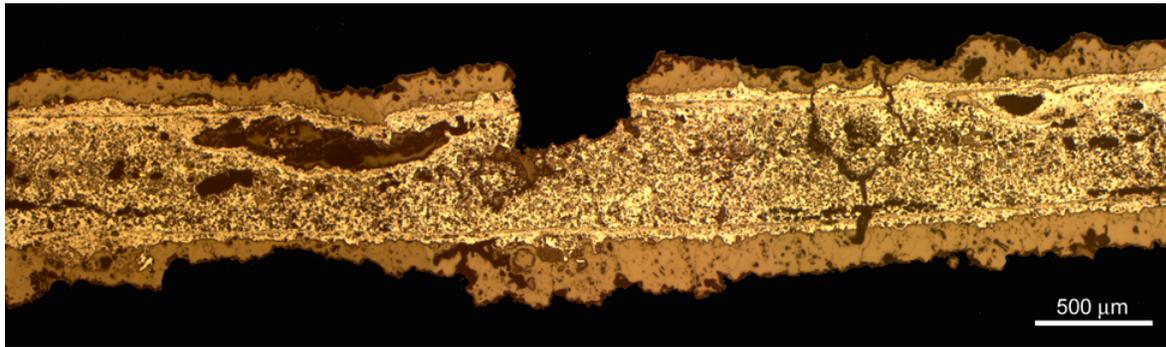


Figura 3.35: Imagen de la muestra 16-A en campo claro con aumento de 50x.

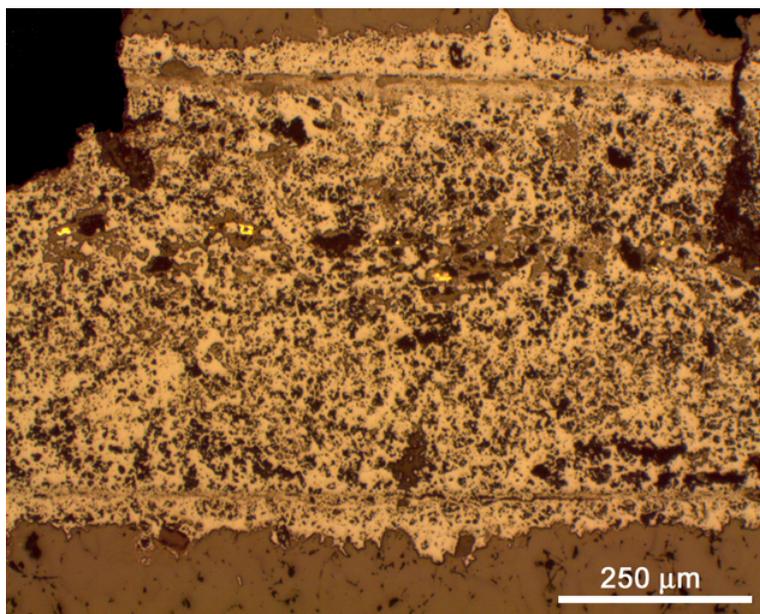


Figura 3.36: Imagen de la muestra 16-A en campo claro con aumento de 100x.

Haciendo un mayor acercamiento en el núcleo de la muestra (fig. 3.36), se puede observar que el núcleo se encuentra con una distribución homogénea, la cual no ha generado las islas apreciadas en la muestra 14, lo cual nos indica que el fundido ha sido realizado en un solo tiempo. También se puede ver la presencia de vestigios metálicos en el centro del núcleo. Estos

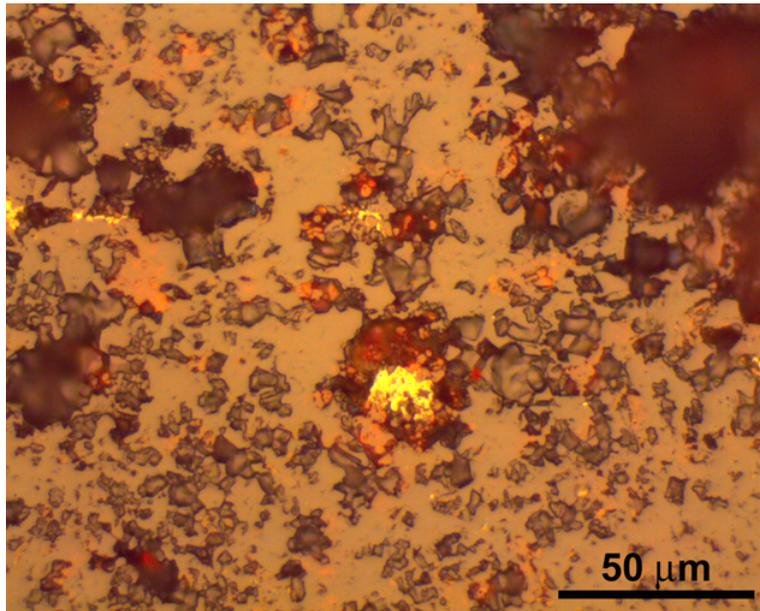


Figura 3.37: Imagen de la muestra 16-A en campo claro con aumento de 500x.

elementos se pueden apreciar mejor en la figura 3.37 donde con un mayor aumento se observa unos pequeños cúmulos de gran brillo, lo cual nos indica material metálico sin oxidarse.

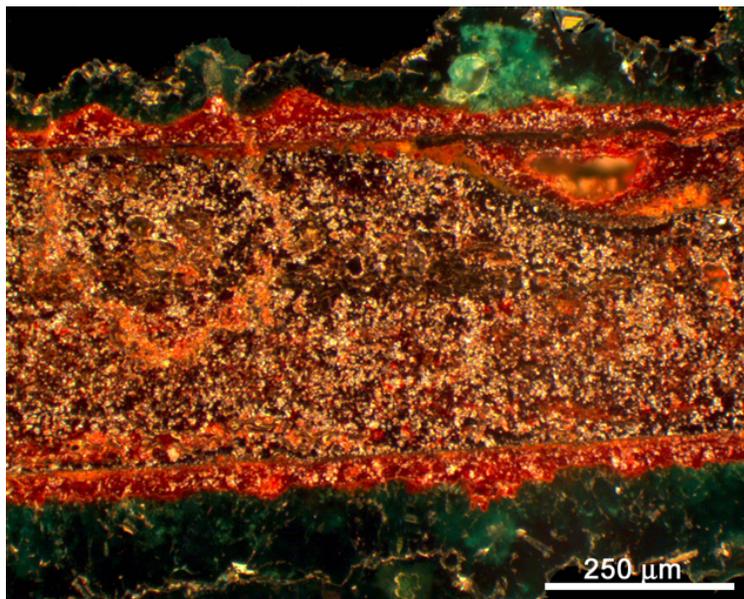


Figura 3.38: Imagen de la muestra 16-A en campo oscuro con aumento de 100x.

El interior del fragmento se presenta homogéneo y de coloración rojiza, así como también se

puede reconocer lo correspondiente a la pátina externa, por la forma de capas externas generadas (fig. 3.38).

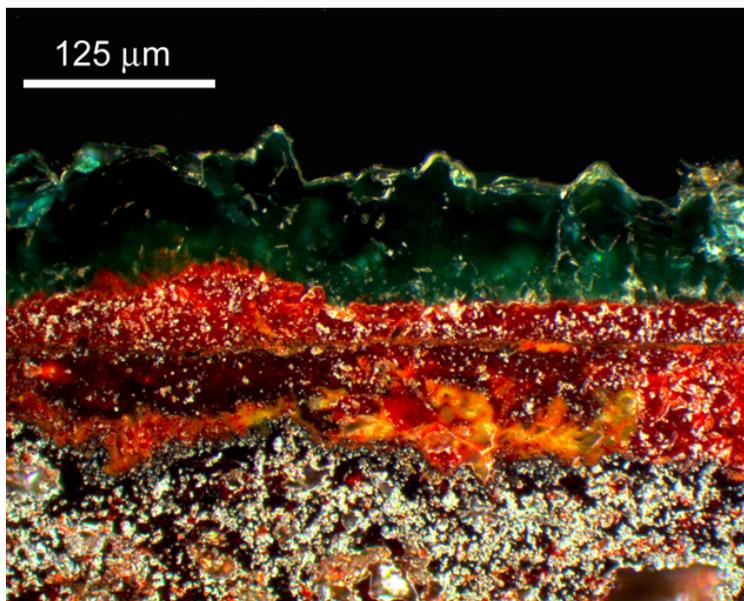


Figura 3.39: Imagen de la muestra 16-A en campo oscuro con aumento de 200x.

El fragmento metálico se encuentra estable a las reacciones químicas de oxidación y corrosión de la pieza, lo cual se deduce al observar el fragmento con pátina estable en dos capas de coloración rojiza y verde bien definidas, como se aprecia en la figura 3.39.

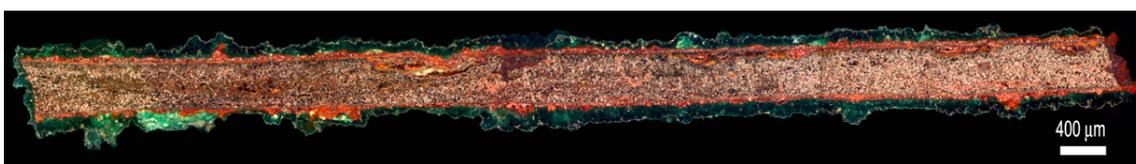


Figura 3.40: Imagen de la muestra 16-A en campo oscuro con aumento de 62,5x.

Observando en campo oscuro el núcleo de la pieza (fig. 3.40), se observa el gran grado de oxidación en el cual se encuentra, con coloración rojiza en todo el interior de la muestra, y solo la parte externa de la pátina con el elemento verdoso característico de la atacamita presente en el fragmento.

El análisis por SEM de la pátina de este fragmento (fig. 3.41-a), nos muestra una tonalidad gris oscuro en la parte superficial, cuyo espectro EDS (fig. 3.41-b) muestra gran presencia de cobre, cloro y oxígeno, justamente la atacamita hallada en el difractograma.

El análisis de las zonas negras entre las dos tonalidades de la pátina (fig. 3.41-c) muestra la presencia de calcio, del cual se desconoce la procedencia. La segunda fase notable de la pátina

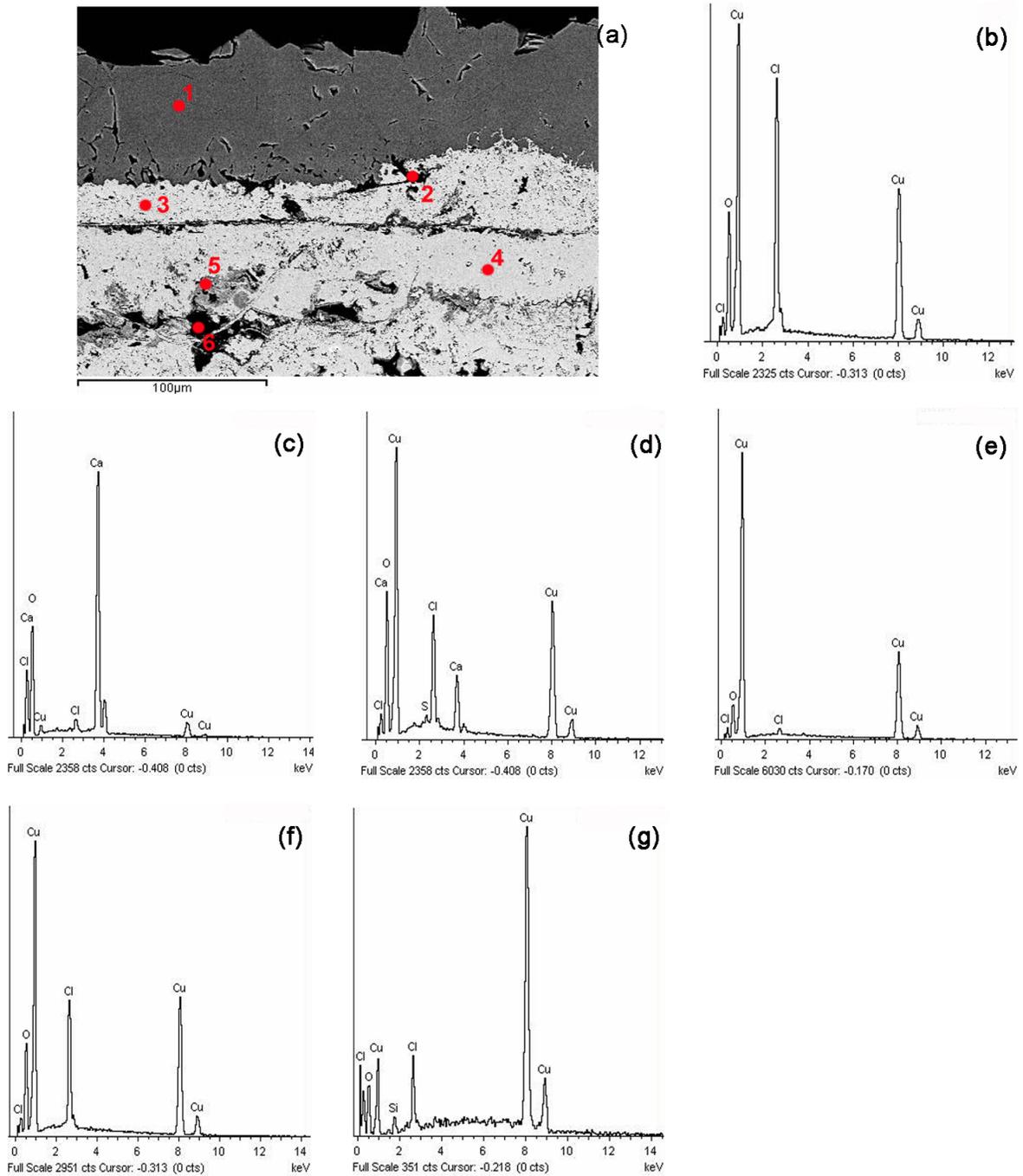


Figura 3.41: (a) Imagen SEM de la pátina de la muestra 16-A. (b) Espectro del punto 1. (c) Espectro del punto 2. (d) Espectro del punto 3. (e) Espectro del punto 4. (f) Espectro del punto 5. (g) Espectro del punto 6.

presenta cobre oxígeno, cloro y también calcio (fig. 3.41-d), lo cual se mostró en las imágenes del MEF (fig. 3.39) como coloración naranja-rojiza.

El análisis del núcleo presentó tres tonalidades: La tonalidad gris predominante, mostró en su espectro EDS (fig. 3.41-e), gran cantidad de cobre, con la baja presencia de oxígeno y cloro; la tonalidad gris oscura presenta mayor cantidad de cloro y oxígeno (fig. 3.41-f) que en el espectro anterior; sin embargo en la tonalidad negra presente en el núcleo adicional a los elementos encontrados en los espectros precedentes, presenta silicio en espectro (fig. 3.41-g).

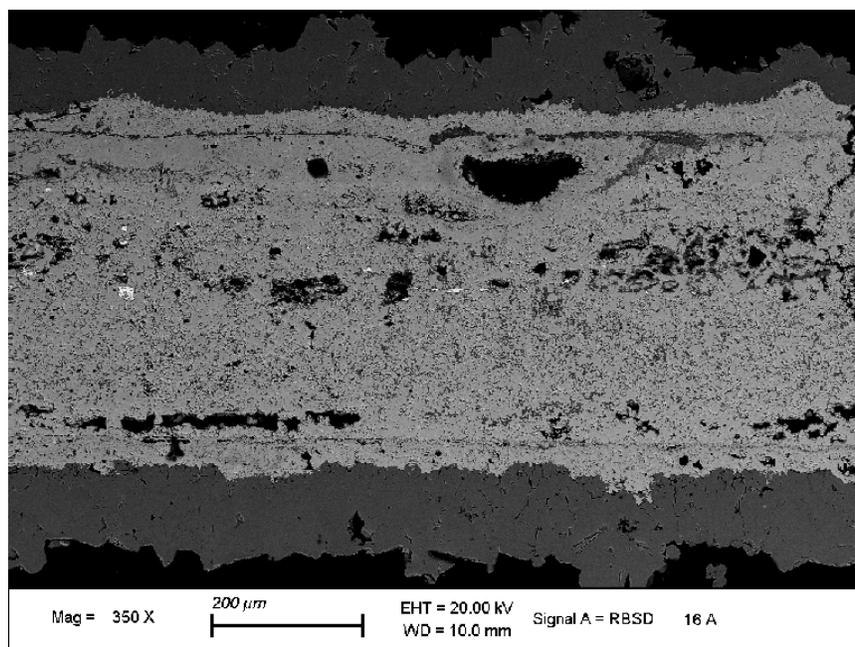


Figura 3.42: Micrografía interior de la muestra 16-A.

En el núcleo se pudo observar restos de material metálico sin corroer (fig. 3.37), lo cual también se observó en el SEM (fig. 3.42), estas fases metálicas se encuentran distribuidas a lo largo de la parte central del núcleo con coloración blanca, lo cual las hace de fácil distinción los espectros EDS (3.43-b, -c y -d) mostraron que se trata de plata, que dada la presencia de plomo en el espectro (3.43-c), nos indica que se trata de plata nativa, obtenida en forma de galena argentífera. Como fué visto anteriormente, la parte gris predominante en el núcleo, está dada por cobre, cloro y oxígeno (fig. 3.43-e).

Las fases metálicas presentes en el interior del núcleo, se caracterizaron por tener dos tipos de morfología; El primer tipo de forma presentada, es en forma redondeada (fig. 3.44-a) la cual presenta en su espectro EDS (fig. 3.44-b) mayor presencia de plata, seguido por selenio, plomo, telurio y cobre. Que por la presencia de plomo podemos deducir que se trata de galena argentífera. El segundo tipo de forma, es irregular como una mancha esparcida (fig. 3.45-a), en donde su espectro EDS (fig. 3.45-c) evidencia la gran presencia de plata, acompañada de bromo y silicio en muy pequeñas cantidades. Aparentemente la plata utilizada para esta aleación provino de dos fuentes o tiempos distintos de extracción, siendo una mejor purificada que la otra.

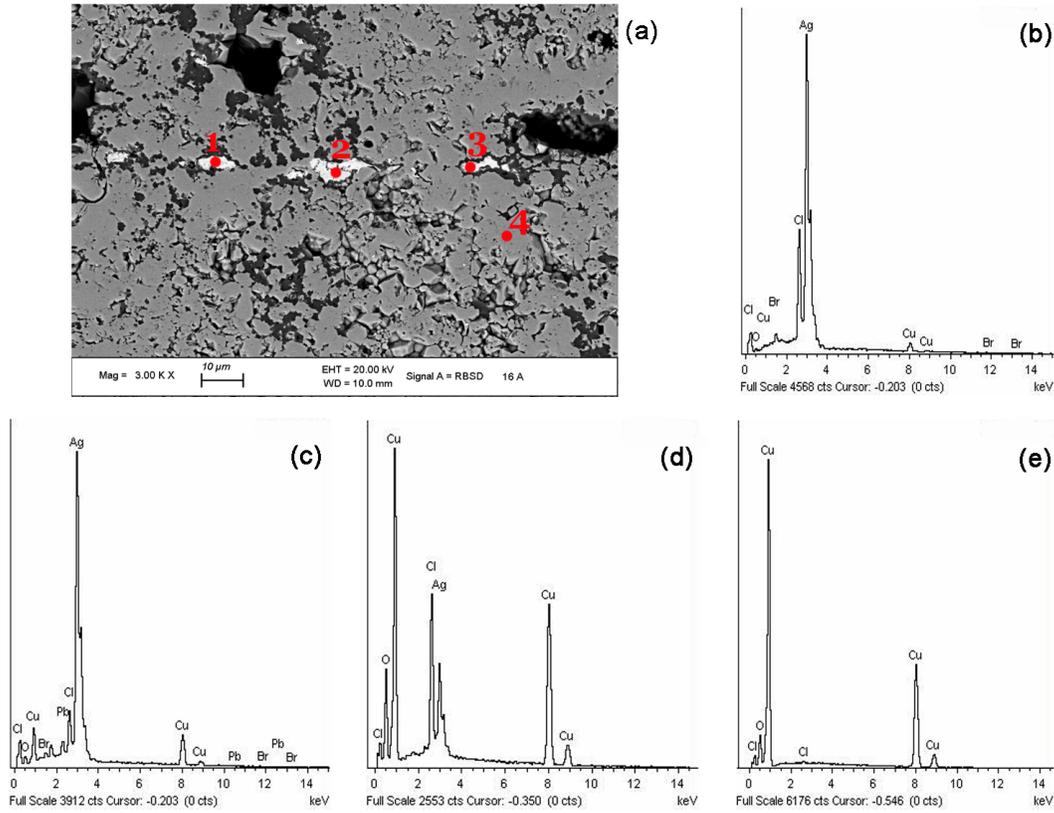


Figura 3.43: (a) Imagen SEM de la pátina de la muestra 16-A. (b) Espectro del punto 1. (c) Espectro del punto 2. (d) Espectro del punto 3. (e) Espectro del punto 4.

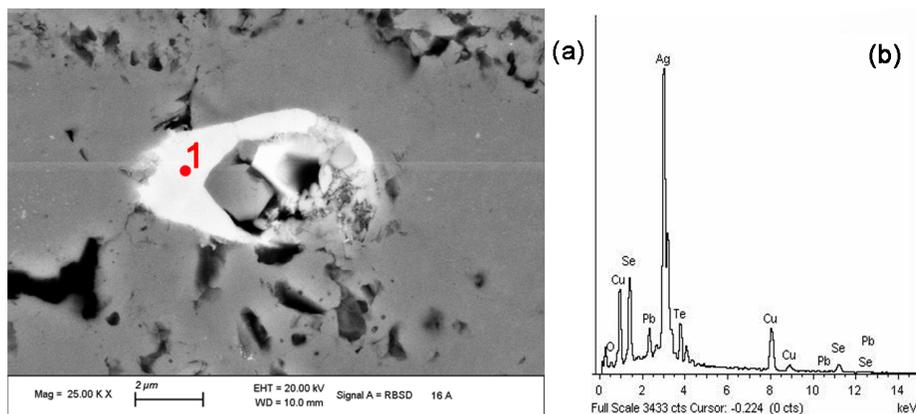


Figura 3.44: (a) Imagen SEM de la fase blanca redondeada de la muestra 16-A. (b) Espectro del punto 1.

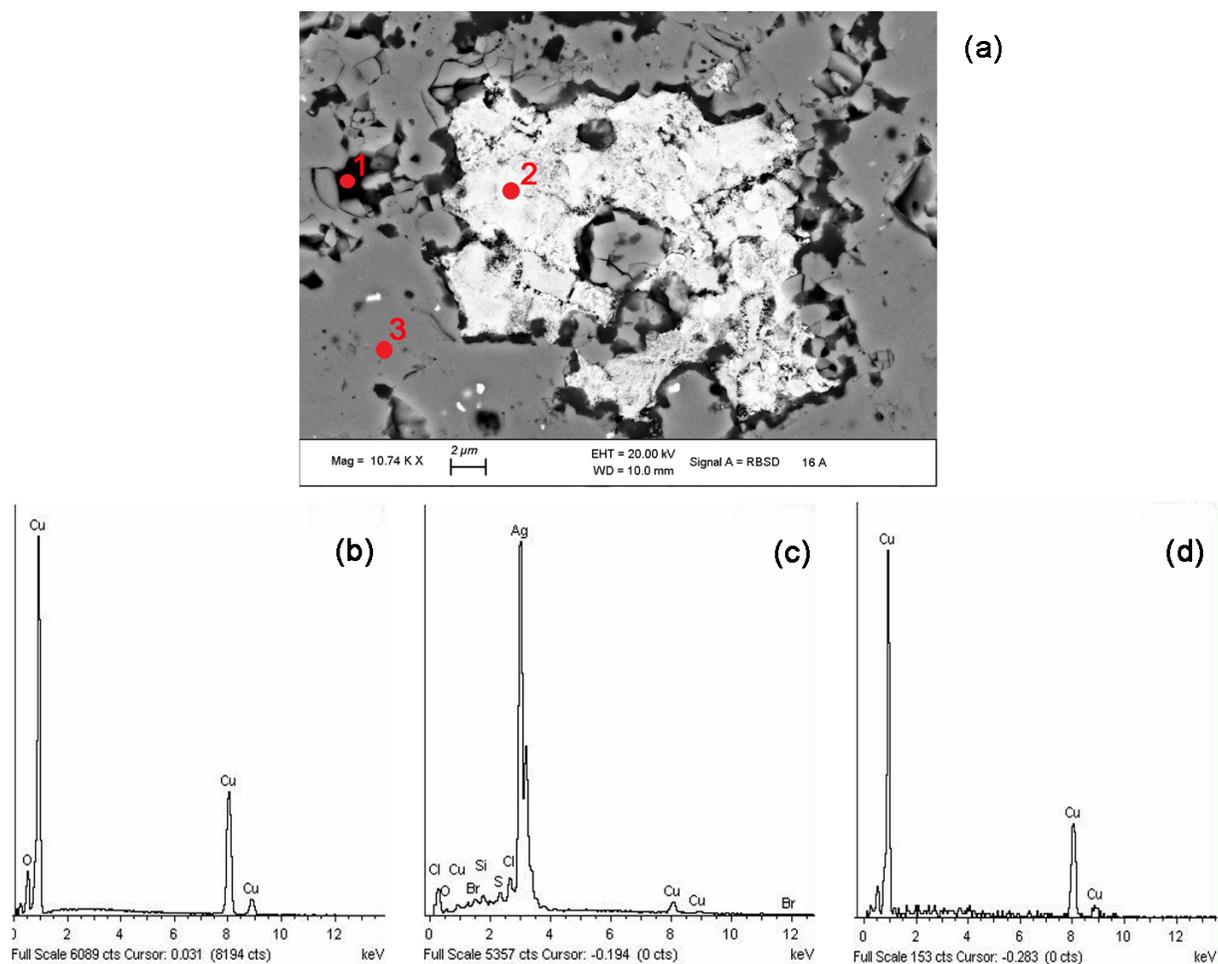


Figura 3.45: (a) Imagen SEM de la fase blanca amorfa de la muestra 16-A. (b) Espectro del punto 1. (c) Espectro del punto 2. (d) Espectro del punto 3.

3.3.2. Muestra metálica 16-B:

Esta pieza tiene la forma de un hilo metálico (fig. 3.46), de 2,4 mm como diámetro promedio. Presenta en un extremo material orgánico, específicamente textil; en general la pieza es de coloración verdosa.

En la micrografía multifocal obtenida (fig. 3.47), se puede apreciar los hilos envolviendo y anudando al hilo metálico, el cual se encuentra en un completo estado de corrosión. Los hilos apreciados aquí no se han comparados con los presentes en el fragmento 16-A, por lo cual se desconoce si proviene del mismo origen.

La imagen 3.48 muestra la pátina presente en el hilo, de la cual se puede apreciar grandes granos formados, tanto de color verde como de un color caramelo, los cuales se encuentran distribuidos por todo el hilo metálico.

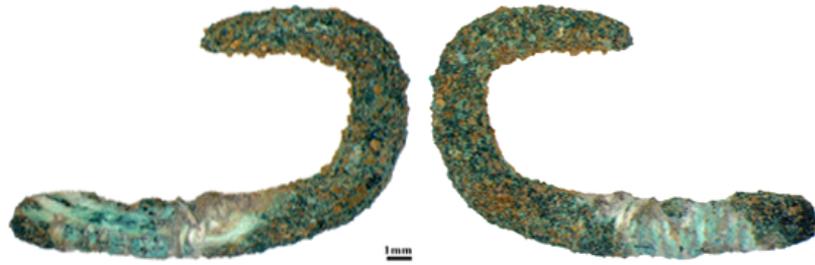


Figura 3.46: Micrografía óptica de la muestra 16-B.



Figura 3.47: Intersección entre los hilos y la sección metálica del hilo metálico de la tumba 16.

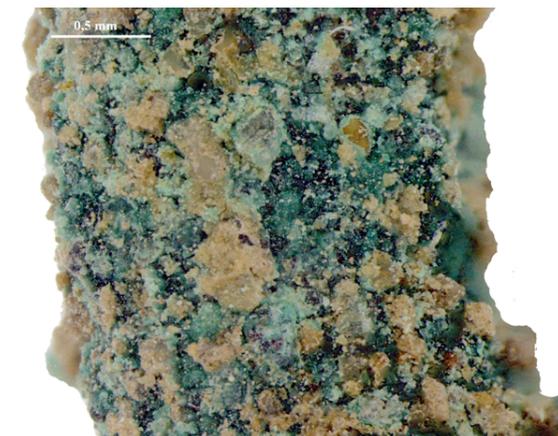


Figura 3.48: Imagen de un sector del hilo metálico de de la tumba 16.

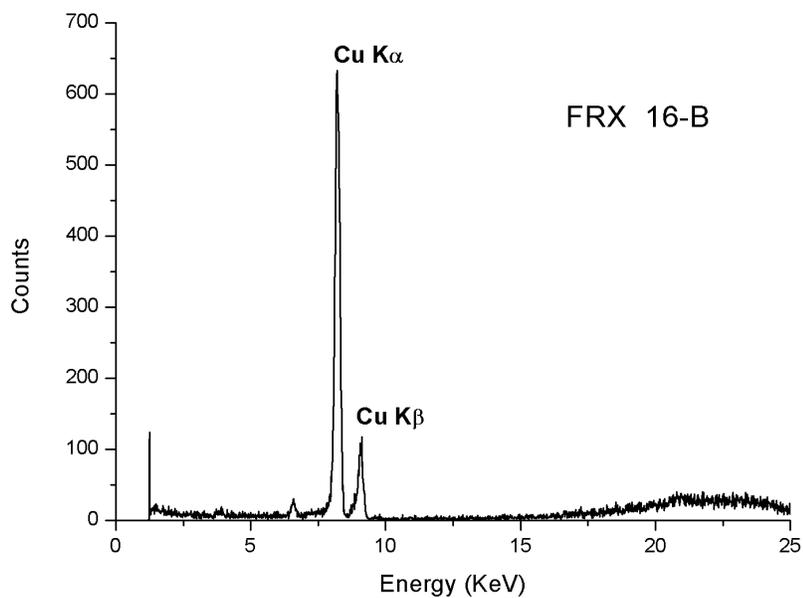


Figura 3.49: Espectro de FRX de la muestra 16-B.

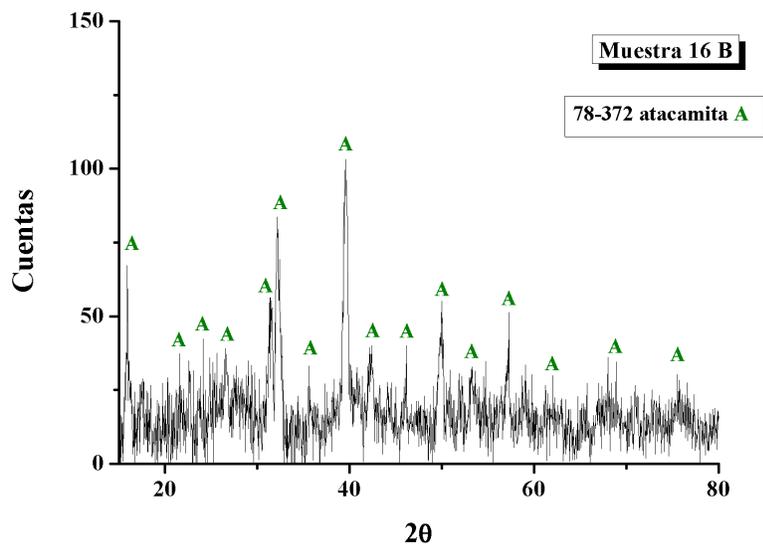


Figura 3.50: Difractograma de la muestra 16-B.

El espectro de fluorescencia de rayos-x adquirido de este hilo (fig. 3.49) permitió solo apreciar la presencia de las energías $K_{\alpha}=8.04$ keV y $K_{\beta}=8.93$ keV de cobre en la muestra, sin poder darnos mayor información de la misma; las líneas de energía características identificadas son $Cu - K_{\alpha}=8.04$ keV y $Cu - K_{\beta}=8.93$ keV. También se realizó el análisis por DRX (fig. 3.50), el cual presentó en el difractograma sólo atacamita ($Cu_2Cl(OH)_3$) correspondiente a la pátina presente.

Al inspeccionar el interior de la muestra en campo claro, con una imagen general, como lo muestra la figura 3.51, se puede ver la zona central hueca y toda la pieza oxidada de forma homogénea en el interior, con una protuberancia, la cual se mejorará la visión y análisis en el campo oscuro.

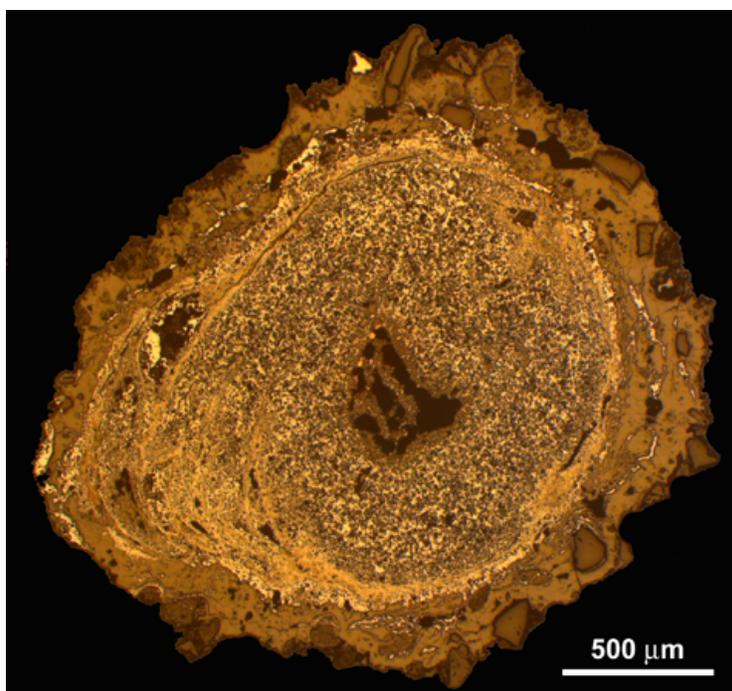


Figura 3.51: Imagen de la muestra 16-B en campo claro con aumento de 50x.

Al observar con un mayor aumento la zona central de la muestra se ha podido observar, como lo muestra la figura 3.52, cúmulos metálicos, los cuales se descartó que provinieran como contaminante de otra muestra, puesto que se limpió repetidas veces para confirmar ello.

La imagen en campo oscuro (fig. 3.53), nos puede dar una mejor visión de cómo está constituida la pátina, que sería de coloración rojiza encendido y el tono verde presente en la parte externa, como también se puede apreciar la protuberancia que presenta a un lado.

Haciendo un aumento a la protuberancia se ve claramente las capas en las cuales se ha oxidado el material (fig. 3.54), este tipo de capas de oxidación se debe a la técnica de manufactura con la cual se ha realizado la muestra, en este caso nos referimos al rolado, el cual hace estas capas, que al momento de oxidarse se aprecian claramente.

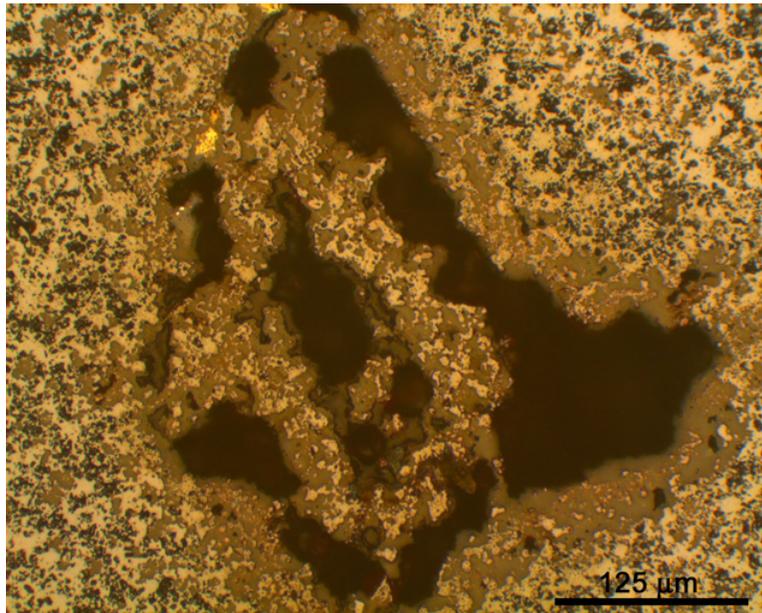


Figura 3.52: Imagen de la muestra 16-B en campo claro con aumento de 200x.

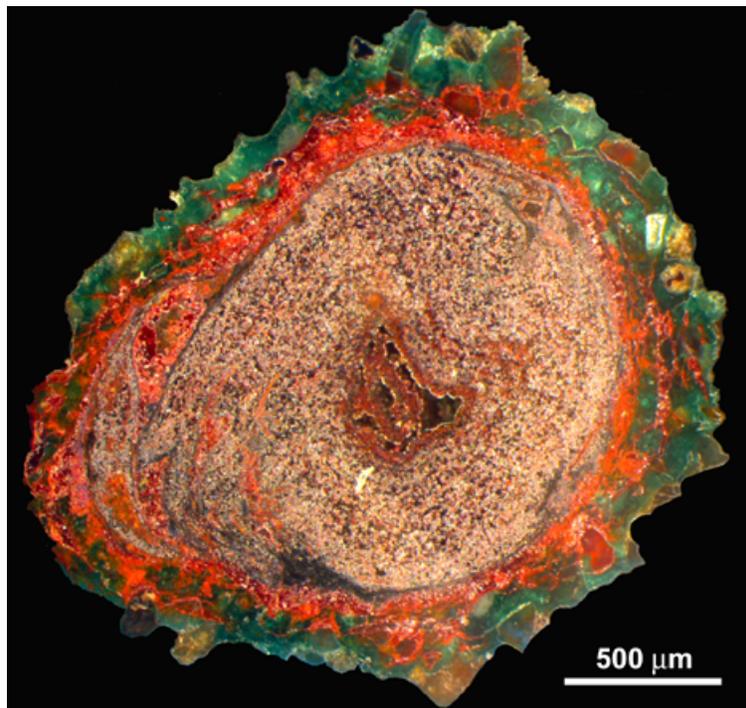


Figura 3.53: Imagen de la muestra 16-B en campo oscuro con aumento de 50x.

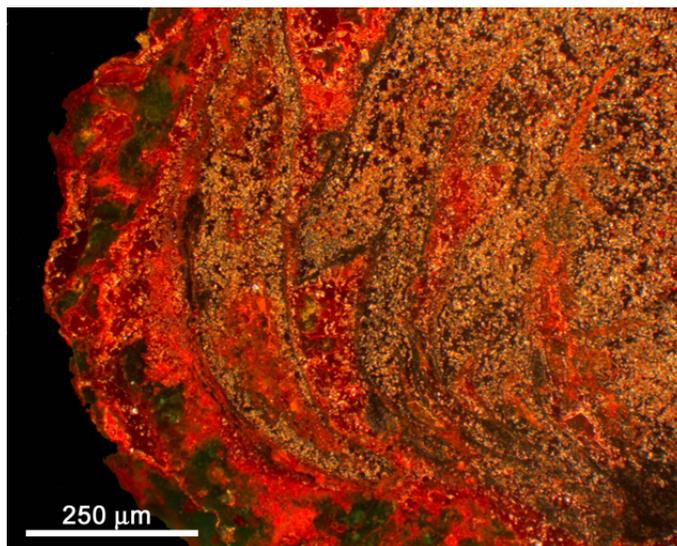


Figura 3.54: Imagen de la muestra 16-B en campo oscuro con aumento de 100x.

En el análisis por SEM de la pátina (fig. 3.55) muestra la presencia de cobre, cloro y oxígeno (fig. 3.56-b) en la fase más externa, la cual se apreciaba de coloración verde en las micrografías a campo oscuro dadas por el MEF. Los sectores de coloración negra dentro de esta pátina, muestran la presencia abundante de silicio (fig. 3.56-c), casi sin presencia de cobre o algún otro metal, la parte de la pátina rojiza, próxima al núcleo presenta; cobre, cloro, oxígeno, adicional a ello; bromo y silicio en pequeñas cantidades (fig. 3.56-d). Sin embargo el sector ya perteneciente al núcleo, muestra solo cobre y oxígeno como sus elementos (fig. 3.56-e), lo cual nos indica que se trata de cuprita.

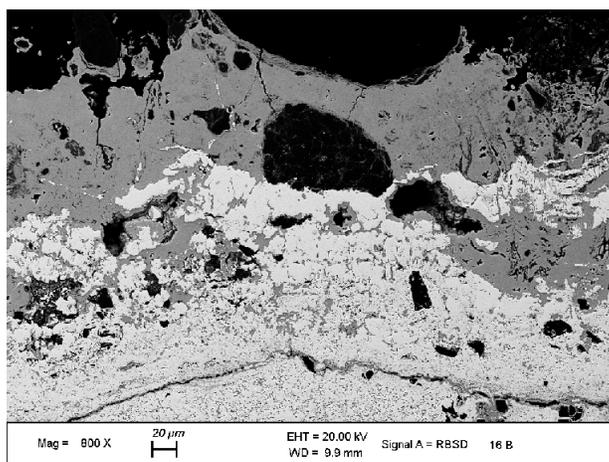


Figura 3.55: Micrografía de la pátina de la muestra 16-B.

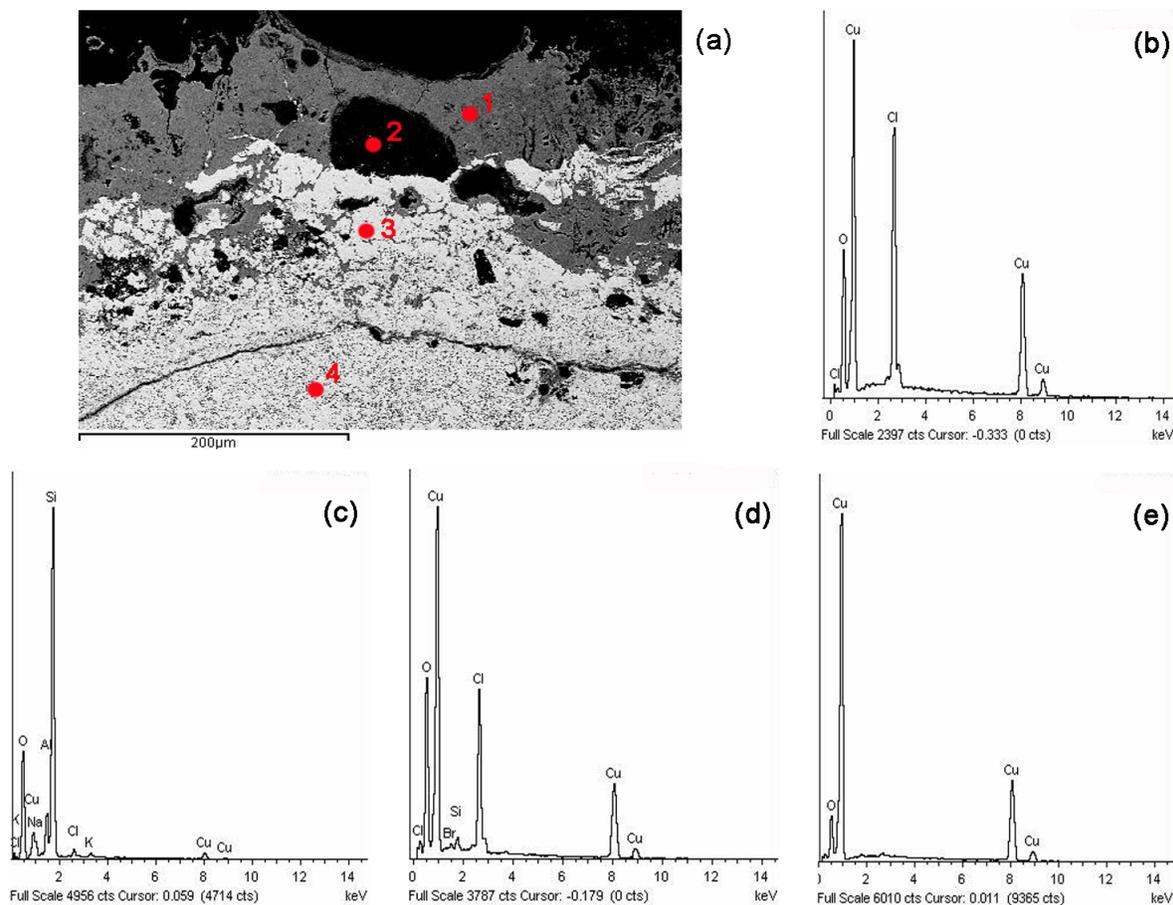


Figura 3.56: (a) Imagen SEM de la pátina de la muestra 16-B. (b) Espectro del punto 1. (c) Espectro del punto 2. (d) Espectro del punto 3. (e) Espectro del punto 4.

La micrografía de la parte central del hilo (fig. 3.57), nos muestra la distribución de los restos metálicos apreciados en campo claro en el MEF, los cuales su espectro EDS característico (fig. 3.58-d) muestra que se trata de plata acompañada de cloro, bromo y silicio. El EDS de la sección del núcleo (fig. 3.58-b) nos muestra que está por cobre y oxígeno en mayor cantidad, mientras que la zona de tonalidad negra nos muestra (fig. 3.58-c) que el cloro es el elemento en mayor proporción, después del cobre, siendo aún notable la presencia del oxígeno.

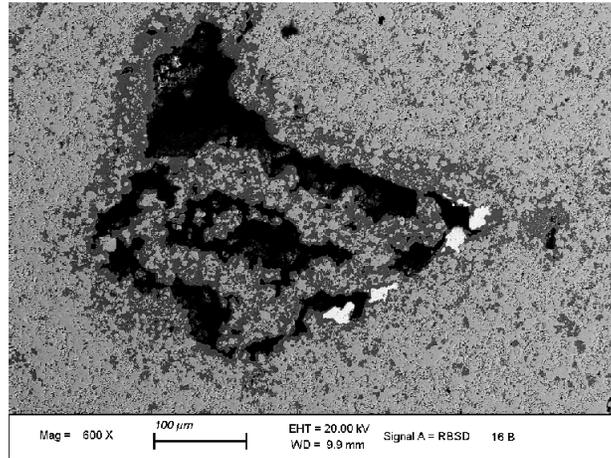


Figura 3.57: Micrografía del núcleo de la muestra 16-B.

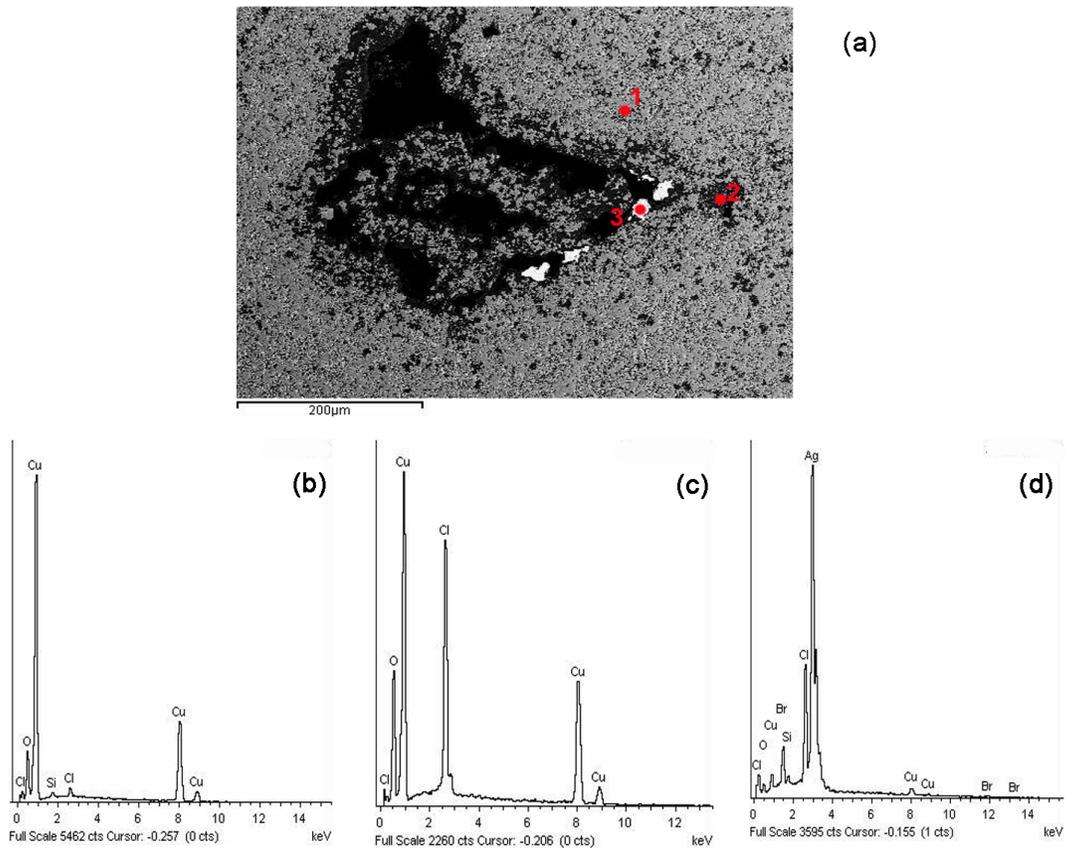


Figura 3.58: (a) Imagen SEM del núcleo de la muestra 16-B. (b) Espectro del punto 1. (c) Espectro del punto 2. (d) Espectro del punto 3.

Capítulo 4

Discusión de Resultados

Las riquezas mineralógicas con las que cuenta el Perú (3er productor de Cu, 3ero de Ag y 6to de Au a nivel mundial) [2],[3], permitieron a los moches desarrollar aleaciones binarias y ternarias, usando cobre, oro y plata. Estos minerales fueron encontrados y extraídos de la naturaleza en distintas formas;

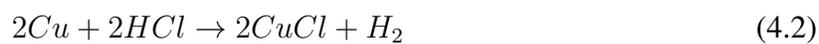
- el cobre era encontrado como mineral,
- la plata en su forma nativa y como galena argentífera,
- y el oro, al parecer, de origen aluvial, asociada generalmente a la plata.

Estas aleaciones, en presencia de humedad y oxígeno, llegan a oxidarse y corroerse, resultados presentados en el capítulo anterior, han permitido observar los diversos productos de corrosión formados en la superficie del fragmento;

La pátina presenta entre sus elementos al cobre, como elemento de la aleación original, que puede ser observado en las fases mineralógicas identificadas en los difractogramas obtenidos.

En los difractogramas, se han podido identificar la presencia de óxido (Cuprita), carbonato (Malaquita, Calcita) y cloruro de cobre (Atacamita); desde el punto de vista conservativo, el cloruro de cobre es el más dañino para las aleaciones con cobre, siendo considerado como el “cáncer de los bronce”[16] entre los arqueólogos y conservadores.

El cobre al encontrarse con el cloro, la humedad y el oxígeno desencadena una reacción cíclica, la cual genera con el paso del tiempo, el degrado de las piezas. Signo visible de ello es la pátina presente en los fragmentos. El ciclo que realiza el cobre es el que se muestra a continuación:



De acuerdo a la anterior reacción descrita, el cobre pasa a ser cuprita y atacamita (Ver. apéndice); para inhibir el efecto del cloro y humedad en las piezas se recomienda el uso del benzotriazol.

A partir de 1967, el benzotriazol, fue utilizado por los conservadores para tratar objetos de cobre y aleaciones con cobre, su composición química ($C_6H_5N_3$), es una estructura cíclica de 6 carbonos que contiene 3 átomos de nitrógenos con 1 par de electrones no compartidos, que puede existir como se muestra en la figura 4.1.

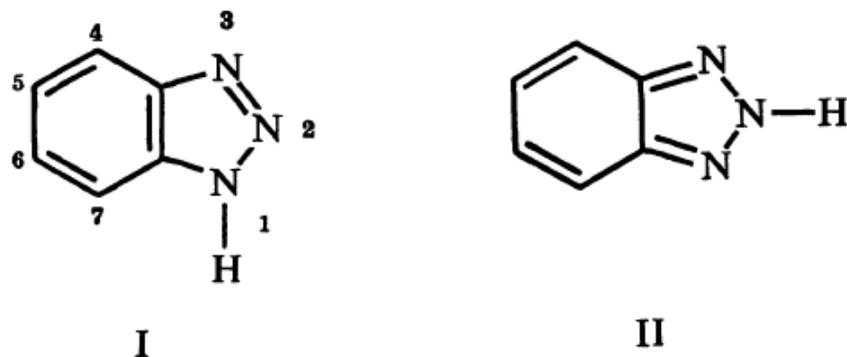


Figura 4.1: Estructura de Kekulé para el benzotriazol.

Evidencia química y estudios realizados, establecen la equivalencia entre los enlaces múltiples de las posiciones 2-3 y 2-1, por lo cual sería mejor graficar al BTA como se muestra en la figura 4.2. Ello indica que el protón migra desde las posiciones 1 y 3 constantemente; lo cual permite a la molécula enlazarse con átomos de otra especie, en este caso específico con el cobre. Es insoluble en el agua y demás componentes orgánicos.

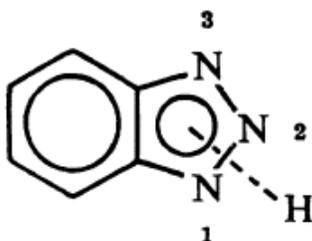


Figura 4.2: Molécula de benzotriazol (BTA).

Sobre la superficie del cobre, el BTA genera una película de polímero cobre-BTA. Esta película es inerte, térmicamente estable y de larga duración, proporcionando una barrera protectora a las piezas con cobre. El esquema de la cadena formada se presenta en la figura 4.3; mientras que la estructura del polímero se puede observar en la figura 4.4. Para mayores detalles de la reacciones del BTA, se recomienda la lectura el artículo de Catherine Sease presentada en la bibliografía [19].

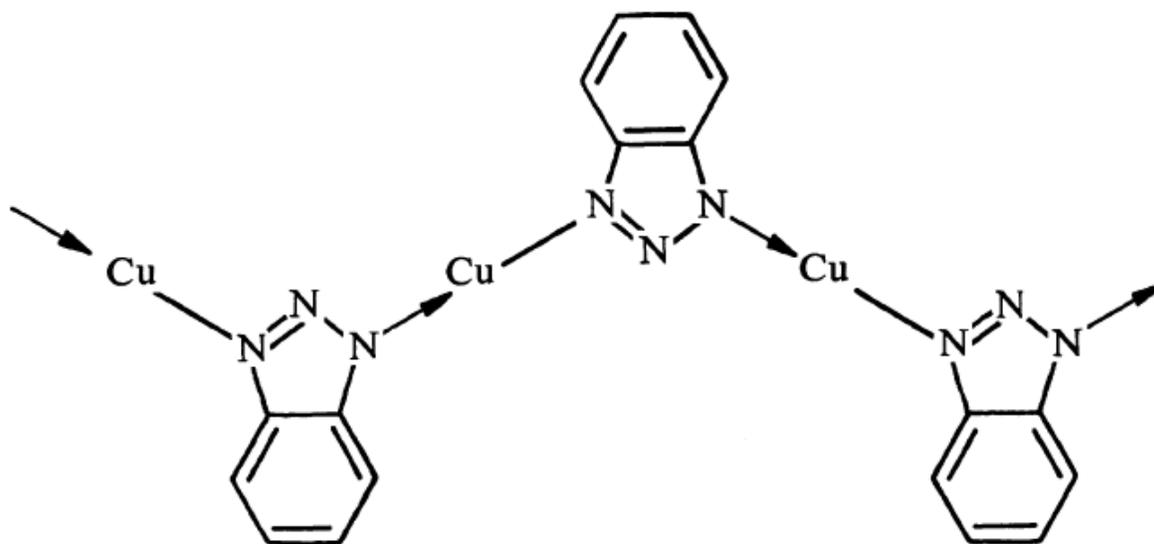


Figura 4.3: Cadena del polímero cobre-BTA.

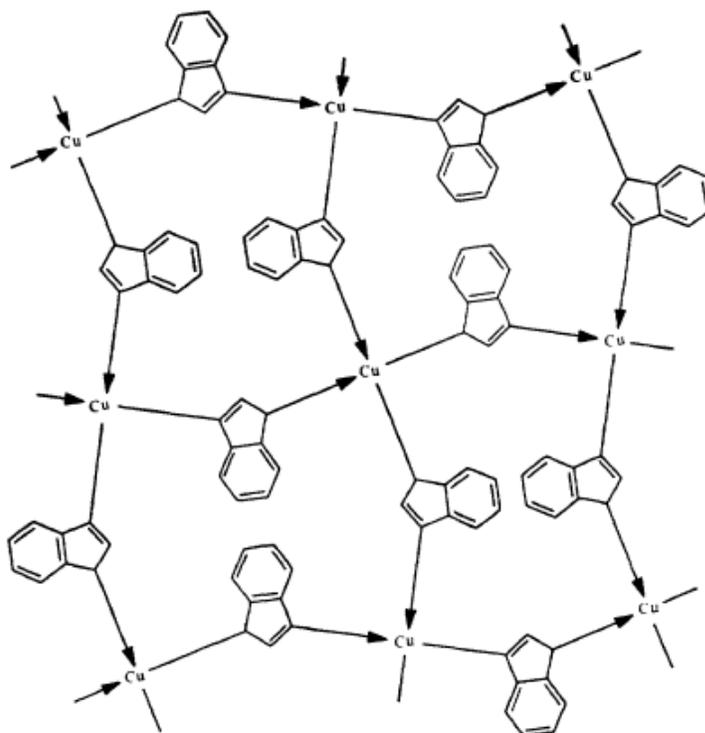


Figura 4.4: Estructura molecular cobre-BTA.

Capítulo 5

Conclusiones Finales

5.1. Fragmento 14

- La aleación original utilizada para la fabricación de la pieza, cuenta con aproximadamente Cu 84 %, Au 9 % y Ag 4 %.
- El recubrimiento de oro encontrado en este fragmento de corona, tiene un espesor de 0.5 micra.
- Por las características encontradas en el núcleo de la manufactura, se puede deducir que la técnica de manufactura empleada para realizar el dorado externo es el recubrimiento electroquímico.

5.2. Fragmento 15

- El recubrimiento de esta pieza, fué elaborado a base de oro y plata.
- La plata encontrada en el fragmento es de origen nativo, por encontrarse asociada al azufre.
- El estado de degradación del fragmento es total, lo cual supone que la pieza entera se encontrará en el mismo estado, haciendo imposible el identificar el tipo de técnica de manufactura empleada en la elaboración de la pieza.

5.3. Fragmento 16-A

- La corona de cobre cuenta con rasgos de presencia de plata en la aleación original, lo cual supone que se incorporó de manera intencional, con motivos presuntamente de purificación y de ideología religiosa.
- La plata incorporada es de origen nativo. Por la oxidación y corrosión del cobre, la plata se ha localizado en la parte central de la pieza.

5.4. Fragmento 16-B

- El hilo metálico es esencialmente de cobre, al cual se le incorporó plata nativa en mínima cantidad.
- La técnica de manufactura utilizada para la fabricación del hilo metálico es el rolado.

5.5. Conclusiones Generales

- El estado de corrosión de los fragmentos metálicos es avanzado, lo cual supone el mismo estado de degradación para las piezas completas.
- Es necesario la estabilización química de las pátinas; se sugiere el uso del benzotriazol como agente inhibidor para las aleaciones con cobre.
- La orfebrería mochica es fascinante; el estudio de sus piezas debe seguir profundizándose, por ello que esta última conclusión es una invitación a seguir con la investigación de esta y otras culturas peruanas, para la preservación de nuestra historia.

Apéndice A

Técnicas de Manufactura

A.1. Revestimiento Dorado

Entre las técnicas de manufactura y decorativas para lograr la superficie de un objeto dorada, en la zona de sudamérica y en la época procolombina, se pueden distinguir basicamente dos formas [11]:

A.1.1. Añadir una capa de oro al núcleo de metal diferente

Este procedimiento pudo realizarse en tres formas distintas:

Dorado de Lámina (*Foil gilding*)

Consiste en la adhesión de láminas delgadas de oro a un núcleo que puede ser de metal, madera, etc. La desventaja de esta técnica es que no se puede seguir fácilmente los cambios de contorno de pieza, teniéndose que plegar sobre todo en los lados internos de una forma curva. La lámina se adhiere a la pieza de metal, a través de un bruñido. Posteriormente se mejoraba la adhesión con el calentamiento, generando un vínculo de difusión.

Los análisis metalográficos con piezas doradas con este método permiten observar la aplicación de diferentes capas de láminas de oro martilladas, observándose en ocasiones dobleces y superposiciones.

Fusión (*Fusion gilding*)

Consistió en aplicar metal fundido, usualmente cobre con oro (cuyo punto de fusión es menor que el oro puro), a un núcleo metálico que podría ser cobre o alguna aleación del mismo. Cuando el metal fundido entraba en contacto con el núcleo se creaba un vínculo de fusión, causado por la fundición conjunta de los metales en su interfase. Una vez cubiertos los objetos y enfriados, la superficie se bruñía o martillaba, para obtener una superficie lisa. Luego el objeto era hervido en una solución ácida, que podrían ser orgánicas o minerales, esto para retirar el óxido de cobre que se generaba al martillar la pieza.

Remplazo Electroquímico (*Electrochemical replaceplating*)

Consistió en disolver oro, calentándolo suavemente durante dos a cinco días, en una solución acuosa de cloruro de sodio ($NaCl$), nitrato de potasio (KNO_3) y sulfato de potasio y aluminio ($KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$) en partes iguales, neutralizandola con bicarbonato de sodio ($NaHCO_3$) para no ocasionar la oxidación del cobre y permitir que el oro pueda depositarse. Para lograr un mejor vínculo se calentó la lámina de cobre dorado a una temperatura lo suficientemente alta, para generar difusión del oro en el cobre.

Una de las características más resaltantes de esta técnica; es que el recubrimiento tiene un grosor relativamente uniforme, entre 0,5mm y 2mm.

A.1.2. Remover los Elementos No Deseados de la superficie

A esta técnica se le denominó:

Dorado por Reducción (*Depletion gilding*)

Consiste en trabajar con un núcleo de cobre-oro o de aleación ternaria cobre-oro-plata, la cual se trabaja en frio lingote, para reducir su grosor, esto se realiza por medio de martilleo a temperatura ambiente. Luego es recalentado, para que los granos de metal fuertemente trabajados se recristalicen, en este proceso se forman escamas de óxido de cobre en la superficie que deben ser removidas, este proceso se repite varias veces más, para conseguir retirar el cobre de la superficie y dejar una fina capa de oro y plata [14].

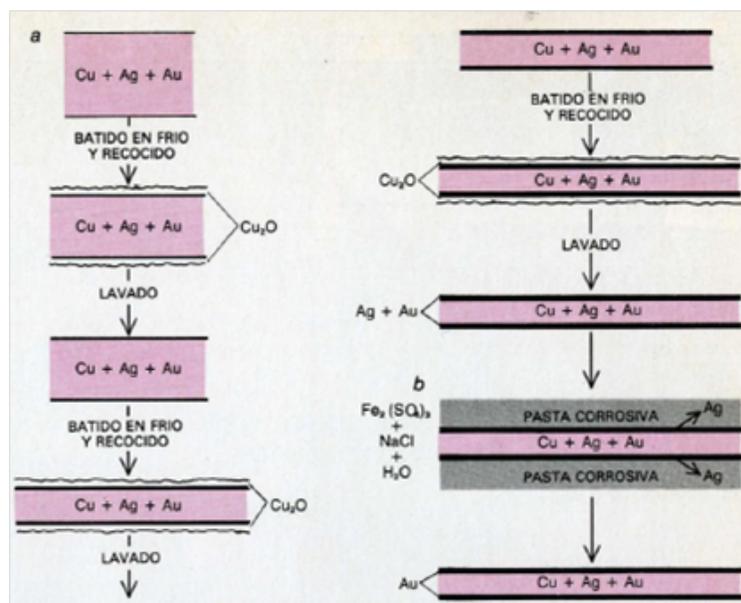


Figura A.1: Proceso de dorado por reducción.

Para la limpieza del óxido de cobre superficial, Lechtman señala; que pudieron haber utilizado jugos ácidos de plantas u orina rancia, ya que en este último caso, la úrea de la orina fresca, se degrada en amoníaco.

Para remover la plata superficial y dejar solo al oro en la superficie, se cubre completamente la lámina con una pasta acuosa de sulfato férrico ($Fe_2(SO_4)_3$) y cloruro de sodio ($NaCl$) lo cual genera la corrosión de la plata y su eliminación de la superficie.

Esta técnica fue descrita y trabajada por Lechtman a partir de análisis metalográficos, químicos y de microsonda de electrones, además de haber realizado trabajos experimentales, reproduciendo el proceso en los laboratorios del Massachusetts Institute of Technology (MIT), durante los años 1971-1979.

A.2. Hilos Metálicos

En la época precolombina, existían dos formas de realizar hilos metálicos.

A.2.1. Rolado

Esta técnica consiste en hacer hilos haciendo rodar una pequeña masa metálica, de tal forma que se pueda adelgazar a medida que se realice mayor presión al momento de rodar, formándose una tira metálica de diámetro no homogéneo.

A.2.2. Trefilado

la técnica del trefilado consiste en hacer pasar hilos no homogéneos y gruesos, por orificios un poco más delgados, para poder homogenizar su grosor y repitiendo el proceso por orificios cada vez más delgados, hacerlos más largos y delgados. En la figura (A.2) se muestra el principio de la técnica.

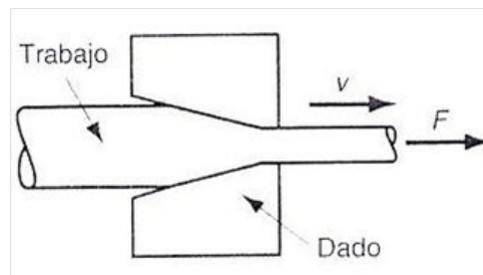


Figura A.2: Proceso de Trefilado.

Apéndice B

Fases Mineralógicas

B.1. Oro: *Au*

Sistema cristalino: Regular.

Clase de simetría: $4/m\bar{3}2/m$

Tipo de red: F.

Celda unidad, dimensiones: $a = 4,079$.

Hábito: Octaédricos pocas veces presenta caras de dodecaedro, cubo o trapezoedro.

Estructura cristalina: La estructura del oro está basada en el empaquetamiento cúbico compacto de los átomos de Au.

Dureza: 2.5 - 3

Densidad: 19.3

Color: Varias tonalidades de amarillo, dependiendo de su pureza; hácese más pálido al aumentar el porcentaje de plata presente.

Grado de opacidad: Opaco.

Yacimientos: Aunque el oro es un elemento raro, aparece en la naturaleza diseminado en pequeñas cantidades. Gran parte aparece como metal nativo; el telurio y posiblemente selenio son los únicos elementos que se le combinan en la naturaleza. La principal fuente de oro son los llamados filones hidrotermales de cuarzo y oro, donde, junto con la pirita y otros sulfuros. El oro está simplemente mezclado mecánicamente con los sulfuros, y no en forma de combinación química alguna.

B.2. Plata: *Ag*

Sistema cristalino: Regular.

Clase de simetría: $4/m\bar{3}2/m$

Tipo de red: F.

Celda unidad, dimensiones: $a = 4,09$.

Hábito: Comúnmente en grupos ramosos, arborescentes y reticulados.

Estructura cristalina: La estructura de la plata está basada en un empaquetamiento cúbico compacto de átomos Ag.

Dureza: 2.5 - 3

Densidad: 10.5

Color y huella de plata; frecuentemente, con pátina castaño o gris-negro.

Brillo: Metálico.

Composición química: La plata nativa contiene frecuentemente mercurio, cobre y oro en aleación; en casos menos frecuentes, platino, antimonio y bismuto.

Yacimientos: La plata nativa está extensamente distribuida en pequeñas cantidades, principalmente en la zona de oxidación de los depósitos de minerales. Hay tres tipos de depósitos primarios: (1) Asociada a sulfuros, zoolitas, calcita, barita, fluorita y cuarzo, tipificada en yacimientos de Kongsberg, Noruega. (2) Con arseniuros y sulfuros de cobalto, níquel y plata y con bismuto nativo. (3) Con uranita y minerales de cobalto-níquel.

B.2.1. Galena: PbS

Sistema cristalino: Regular.

Clase de simetría: $4/m \bar{3} 2/m$

Tipo de red: F.

Celda unidad, dimensiones: $a = 5,936$.

Hábito: Cúbico o cúbicos octaédricos y también en grandes cristales octaédricos formados a menudo por porciones subparalelas. Comúnmente en masas de grano fino o grueso.

Estructura cristalina: La distribución atómica es la misma que en la halita. Sin embargo la galera y los minerales de su misma estructura - PbSe (clausthalita) y Pb (altaíta), mucho más raros - presenta enlace semimetálico en vez del iónico de la halita. En este tipo estructural cada átomo del plomo se liga a seis de azufre, y cada uno de estos, a seis de plomo.

Tenacidad: Frágil.

Dureza: 2.5

Densidad: 7.58

Color: Gris plomo.

Raya: Gris plomo.

Brillo: Metálico.

Grado de opacidad: Opaco.

Composición química: La galera es con gran frecuencia PbS casi puro. La plata, así como el arsénico y el antimonio que indican los análisis, se debe principalmente a inclusiones de argentita o de tetraedrita, difíciles de distinguir en un mineral negro y opaco cuando se hallan en pequeñas cantidades.

Yacimientos: Es el mineral de plomo más importante en la corteza terrestre, y también uno de los más comunes de la clase de sulfidos. Se presenta en yacimientos de muchos tipos: en rocas sedimentarias, en venas hidrotermales y también en pegmatitas. Los yacimientos hidrotermales extensos que contienen galena, encierran con frecuencia cantidades valiosas de plata.

B.3. Cobre: *Cu*

Sistema cristalino: Regular.

Clase de simetría: $4/m \bar{3} 2/m$

Tipo de red: F.

Celda unidad, dimensiones: $a = 3.615$

Hábito: Comúnmente con caras de tetraquishexaedro, también cubo, dodecaedro y octaedro.

Estructura cristalina: La estructura del cobre está basada en el empaquetamiento cúbico compacto de átomos de Cu.

Dureza: 2.5 - 3

Densidad: 8.9

Color: Rojo cobre en su superficie fresca, normalmente oscuro con brillo apagado por su pátina.

Brillo: Metálico.

Composición química: El cobre nativo contiene generalmente pequeñas cantidades de plata, bismuto, mercurio, arsénico y antimonio.

Yacimientos: Se encuentran pequeñas cantidades de cobre nativo en muchos lugares, en las zonas oxidadas de los depósitos de cobre, asociado a cuprita, malaquita y azurita.

B.3.1. Atacamita: $Cu_2Cl(OH)_3$

Sistema cristalino: Ortorrómbico.

Clase de simetría: $2/m 2/m 2/m$

Relación áxica: $a:b:c = 0.658 : 1 : 0.749$

Celda unidad, dimensiones: $a = 6.02$, $b = 9.15$, $c = 6.85$

Hábito: Por lo común, en prismas delgados alargados y estirados paralelamente a “c”; también tabulares según $\{010\}$. Otras veces en agregados cristalinos, en masa, fibroso o granular.

Tenacidad: Frágil.

Dureza: 3-3.5

Densidad: 3.76

Color: De verde intenso a verde oscuro.

Raya: verde manzana.

Brillo: Vítreo.

Yacimientos: se encuentra como mineral secundario en la zona de oxidación de los depósitos cupríferos, especialmente bajo las condiciones de los desiertos salinos. Se puede hallar asociado con malaquita, cuprita, brochantita, crisocola, yeso, limonita. El nombre procede del desierto de Atacama (norte de Chile), donde primero se encontró.

B.3.2. Cuprita: Cu_2O

Sistema cristalino: Regular

Clase de simetría: $4 \bar{3} 2$.

Celda unidad, dimensiones: $a = 4.2696$

Hábito: Cristales usualmente octaédricos, con menor frecuencia dodecaédricos o cúbicos; a veces muy alargados según “a” en fibras capilares, variedad llamada calcotriquita; también granular, terroso o en masa.

Dureza: 3.5-4.

Densidad: 6.1.

Color: Rojo, a veces casi negro

Raya: Rojo castaño.

Brillo: De adamantino a submetálico o terroso.

Grado de opacidad: Rojo por transparencia, amarillo en esquirlas delgadas.

Alteraciones: Los cristales de cuprita se alteran a menudo pasando a otros pseudomórficos de malaquita. También puede alterarse, dando cobre u otros minerales secundarios de este metal.

Yacimientos: Se encuentra con frecuencia en la zona oxidada de los depósitos cupríferos. Comúnmente está asociada con cobre, malaquita, azurita, calcosina, óxidos de hierro, arcillas y tenorita, CuO (óxido negro de cobre). Los cristales de cuprita aparecen muchas veces en estrecha asociación con cobre nativo. Es un mineral muy extendido, especialmente en aquellas zonas del planeta donde la glaciación no ha destruido los efectos de la alteración supergénica de los yacimientos cupríferos primarios.

B.3.3. Malaquita: $Cu_2CO_3(OH)_2$

Dihidroxido de carbonato de cobre (II)

Sistema cristalino: Monoclínico

Clase de simetría: 2/m.

Relación áxica: a:b:c=0.7912 : 1 : 0.2704; $\beta = 98^\circ 42'$

Celda unidad, dimensiones: a =9.51, b=12.02, c=3.25

Hábito: son muy raros los cristales distintos; usualmente de prismáticos a aciculares finos paralelos a “c” y agrupados en tufo o rosetas. También se presenta comúnmente en masas o costras, con superficies melonares, botrioides o tuberosas. Internamente es fibroso divergente y con bandas coloreadas.

Dureza: 3.5-4.

Densidad: 4.05; disminuye hasta 3.6 en ejemplares en masa.

Color: Verde intenso

Raya: Verde claro.

Brillo: Sedoso o aterciopelado; muchas veces mate.

Grado de opacidad: Translúcido.

Yacimientos: la malaquita está muy extendida como mineral secundario de cobre, frecuentemente asociado con otro carbonato básico más escaso, la azurita. Se presenta a veces como pseudomorfo de esta o de la cuprita. Por lo común se halla en la zona oxidada superior de los yacimientos cupríferos, especialmente en aquellas regiones donde hay caliza. También aparece en asociación con limonita, calcita, calcedonia y crisocola, y menos frecuentes con otros minerales secundarios de cobre, plomo o zinc.

Apéndice C

Presentaciones

C.1. Ponencias

Parte de este trabajo fue presentado como ponencia en:

- XIV simposio nacional de estudiantes de física (SNEF)-2010 Puno;
- XV simposio nacional de estudiantes de física (SNEF)-2011 Callao;
- XII encuentro científico internacional de invierno - ECI 2012i. Figura C.1;
- scuola estiva di archeometria - Lecce, Italia 2012. Figura C.2.

C.2. Pósters

Así también, parte de este trabajo fue presentado como poster en:

- SPECTRA 2012 - Lima, obteniendo el 1er puesto como póster en la sección de arqueología. Figura C.3;
- XXI simposio peruano de física (SPF) - Trujillo 2012, obteniendo mención honrosa. Figura C.4;
- escola do arqueometria do Rio de Janeiro - Brasil 2012. Figura C.5;

Análisis de la Corona Metálica del Adolescente Acompañante de un Guerrero De La Cultura Moche

Analysis of the Metallic Crown of the Companion teen of a Warrior from The Moche Culture

S. Zambrano A¹, A. Bustamante D¹, Gabriel M. Ingo², C. Riccucci², T. de Caro², L. Chero³, R. Cesareo⁴, G. E. Gigante⁵

¹ Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima, Perú

² Istituto Studio dei Materiali Nanostrutturati-CNR, Area Ricerca RM1-Montelibretti, Rome, Italy

³ Museo de Sitio Huaca Rajada – Sipán, Lambayeque, Perú

⁴ Dipartimento di Matematica e Fisica, Università di Sassari, Sassari, Italy

⁵ Dipartimento di Energetica, Università di Roma "La Sapienza", Rome, Italy

RESUMEN

La cultura Moche es una de las más fascinantes del territorio peruano, desarrollada en la costa norte del Perú; se caracteriza por el desarrollo en la cerámica y metalurgia, lo cual se puede apreciar en las manufacturas, encontradas en las distintas tumbas de autoridades políticas y religiosas, de las cuales podemos destacar a las encontradas en el sector de Sipán, en el complejo arqueológico Huaca Rajada - Sipán.

El presente trabajo es parte de un proyecto de investigación auspiciado por los gobiernos de Italia y Perú, en el cual se estudia la evolución metalúrgica de las culturas precolombinas con especial interés al trabajo y evolución con el oro, en esta ocasión se presenta el resultado del estudio de dos fragmentos de la corona de un adolescente, acompañante del guerrero encontrado en la tumba 16 de la cultura Mochica, en el complejo arqueológico Huaca Rajada - Perú, del 300 – 700 d.C.[1], siendo observadas y analizadas las secciones internas de las piezas, para obtener información sobre la manufactura de las mismas.

Con el análisis realizado en el microscopio metalográfico (MEF), se ha podido apreciar las distintas fases de la corrosión de la pieza, determinadas por su coloración, tonos rojizos y verdosos, característicos de la oxidación del cobre, así como también se aprecia el tipo de manufactura realizada para obtener el hilo metálico y la lámina metálica que estudiamos; se pudo observar también, los restos metálicos en el interior de las piezas, caracterizados por su brillo en el campo claro de este microscopio, estas medidas son complementas con los análisis en el Scanning Electron Microscope (SEM) y Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS), los cuales nos muestran la morfología y composición elemental del interior del fragmento, encontrándose que se trata de piezas de cobre, con presencia de plata solo en la parte central de los fragmentos, acumulándose en pequeñas islas, ubicadas de esta forma por la oxidación total del cobre presente en los fragmentos; así mismo, en la pátina se encontró elementos propios del suelo de la tumba, como Si, Fe, Al, que son elementos constituyentes de las fases mineralógicas encontradas en el difractograma de rayos-x realizado al suelo de la tumba, fases como cuarzo y óxido de hierro, la impregnación de estas impurezas es debido al largo periodo de entierro que atravesó la pieza.

Descriptor: *Arqueometría, SEM, Moche*

REFERENCIAS

[1]	L.Chero Z. "Informe de los trabajos de investigación en las unidades II: c y II: b de la plataforma funeraria, sector I del complejo arqueológico Huaca Rajada - Sipán."
-----	--

E-mail: sandradelpilarza@gmail.com

Figura C.1: Resumen del trabajo presentado al ECI 2012i.

Analysis of the Warrior Priest Costume Pendant from the Moche Culture

Sandra Zambrano A^{1,2}, Angel Bustamante D¹, Julio Fabian S¹, Gabriel M. Ingo², Cristina Riccucci², Tilde de Caro², Walter Alva², Luis Chero², Roberto Cesareo⁴, Giovanni E. Gigante⁵.

1. Major National University of San Marcos, Lima, Peru
2. Studio dei Materiali Nanostrutturati-CNR Institute, Area Ricerca RM1-Montelibretti, Rome, Italy
3. The Royal Tombs Museum of Sipán, Lambayeque, Peru
4. Dipartimento di Matematica e Fisica, Università di Sassari, Sassari, Italy
5. Dipartimento di Energetica, Università di Roma "La Sapienza", Rome, Italy

The Moche Culture is one of the most fascinating in the Peruvian territory, which flourished in the north coast of Peru; it is characterized by its great development in ceramics and metallurgy, which may be appreciated in the works found in the different tombs of the political and religious authorities, especially those found in the Sipán sector in Huaca Rajada archeological site.

This work is part of a research project sponsored by the governments of Italy and Peru, where the metallurgical evolution of the pre-Columbian cultures is studied, with special interest in the work and gold evolution. In this occasion, it is presented the result of a study to a part of the pendant of the Warrior Priest metallic costume, from Mochica Culture, found in the 14 tomb of Huaca Rajada archeological site - Peru, AD 300 - 600, being the internal part of the piece observed and analyzed.

Through the metallographic microscope, it has been appreciated the different stages of the piece corrosion, determined by its coloration; reddish, brown and green tones, characteristic of the copper oxidation, and the gold stratum without corrosion and the metallic remains inside the piece, which is complemented with the Scanning Electron Microscope (SEM) and Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) analysis, showing the morphology and elemental composition of the internal part of the piece. Thus, it was found that it is about the alloy known as **Tumbaga**, which is a copper, gold and silver alloy. Also, it was determined the 0.517 μm thickness of the gold covering of this part. Similarly, in the patina it was found the elements characteristic of the tomb soil, such as Si, Fe, Al and K, constituting the mineralogical phases observed with the soil X-ray diffractogram, this being due to the fact the piece has been buried for a very long time.

[*sandradelpilarza@gmail.com](mailto:sandradelpilarza@gmail.com)

Figura C.2: Resumen del trabajo presentado en la scuola di Lecce

SPECTRA 2012
20-25 febrero, Lima - Perú.

Análisis del Fragmento Metálico del Vestido del Sacerdote Guerrero de la Cultura Moche

Analysis of the Warrior Priest Costume Fragment Metallic from the Moche Culture



Sandra Zambrano A*¹, Angel Bustamante D¹, Julio Fabian S¹, Gabriel M. Ingo², Cristina Ricucci², Tilde de Caro², Luis Chero³, Roberto Cesareo⁴, Giovanni E. Gigante⁵.

1. Facultad de Ciencias Físicas, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima, Perú
 2. Istituto per lo Studio dei Materiali Nanostrutturati-CNR, Area Ricerca RM1-Montelibretti, Rome, Italy
 3. Museo de Sitio Huaca Rajada - Sipán, Lambayeque, Perú
 4. Dipartimento di Matematica e Fisica, Università di Sassari, Sassari, Italy
 5. Dipartimento di Energetica, Università di Roma "La Sapienza", Rome, Italy
- * sandradelpiarra@gmail.com

Introducción

Se presenta el análisis realizado a un fragmento metálico perteneciente al vestido del personaje de la élite Mochea encontrado en la tumba 14, llamado Sacerdote Guerrero, personaje de índole político - religioso.

Se realizaron análisis por microscopio óptico (MO), metalográfico (MEF), electrónico de barrido (SEM) y complementariamente el análisis del suelo por difracción de rayos-x (DRX), realizados en el Istituto per lo Studio dei Materiali Nanostrutturati - Roma.



Ubicación geográfica del complejo arqueológico Huaca Rajada, en la costa norte del Perú, imagen obtenida en Google maps.

Resultados Microscopio Óptico y MEF

Vista Externa del Fragmento



Muestra a analizar: Fragmento de la parte colgante del vestido del Sacerdote Guerrero, tumba 14, Huaca Rajada - Sipán.
Ancho: 14,9 mm.
Altura: 10,5 mm.



Imagen aumentada de la pátina, con aspecto 3D, tomada a multifocus.

Sección Interna del Fragmento

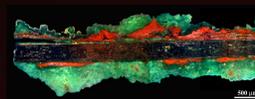


Imagen con aumento 50x, en campo oscuro, se puede apreciar la oxidación y corrosión de la muestra.

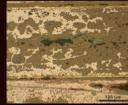
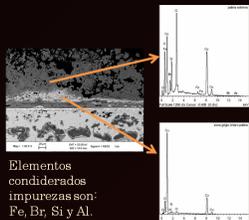


Imagen con aumento 200x, en campo claro, donde se observa en tono amarillo brillante, la parte metálica aún conservada, tanto en el interior como líneas, así como dos finas capas de recubrimiento.

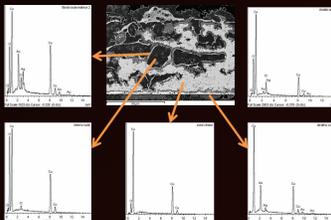
Resultados SEM · EDS

Análisis de la Pátina



Elementos considerados impurezas son: Fe, Br, Si y Al.

Análisis del Interior del Fragmento



Porcentaje de solo los elementos metálicos de la muestra, de la pieza original: Cu 87%, Au 9% y Ag 4%.

Elementos por la oxidación de la muestra: O y Cl.

Grosor de la Capa Dorada

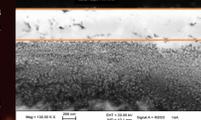
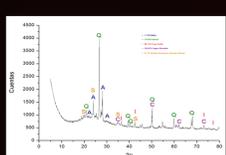


Imagen con la medida de la capa de oro de aproximadamente 0,5µm de ancho.

Resultados DRX



Difractograma de rayos-x de la tierra de la tumba 14 del complejo arqueológico Huaca Rajada. En las fases encontradas se puede apreciar que algunos de sus elementos son los encontrados como impurezas en la pátina de la muestra.

- Fases Mineralógicas:**
- Alúmina (NaAlSi₃O₈)
 - Cuarzo (SiO₂)
 - Óxido de Hierro (Fe₂O₃)
 - Bromuro de Cobre (CuBr)
 - Sulfato de Aluminio Clorato Silicato (Na₂Al₂ClO₄(SiO₃)₆)

Técnica de Dorado

La civilización precolombina existían dos formas de hacer dorada la parte exterior de un objeto, la primera conocida como enchapado. Técnica por la cual se coloca una lámina de oro sobre otra lámina de metal y se adhieren por medio de martillado y recalentamiento continuo [1]. La cual se caracteriza por no dejar una distribución homogénea en el recubrimiento.

La segunda es una técnica química llamada dorado la cual consiste en recoger el objeto, formado por una aleación con gran cantidad de cobre, bajo en oro y plata, al punto de oxidar el cobre superficial, limpiándolo y repitiendo el proceso, dejando una capa de oro con plata en la superficie. Para dejar solo oro en la capa superficial, se cubre con una pasta corrosiva compuesta de sulfato de hierro y cloruro de sodio, con esto se elimina la plata de la capa superficial, dejando solo el oro[2], la característica principal de esta técnica es que la distribución de oro es homogénea en la superficie.

Conclusiones

- Se observaron los la coloración rojiza, verde y marrón, propios de la oxidación y corrosión del cobre.
- El análisis porcentual de solo los metales del interior de la muestra da como resultado Cu 87%, Au 9% y Ag 4%.
- Se confirma que la capa dorada y las líneas doradas en el interior son de oro, el grosor de la capa de oro es de 0,5µm, el cual por ser uniforme se deduce que ha sido realizado por la técnica del dorado.
- Las impurezas encontradas en la pátina se ha visto que corresponden a elementos que se han encontrado en la tierra de la tumba, esto debido al largo periodo de entierro de la muestra.

Referencias

- [1] Luisa M. Vetter. *Plateros Indígenas en el Virreynato*.
- [2] Heather Lechtman. *Metalurgia Superficial Precolombina*. Investigación y Ciencia, N.º 95. Prensa Científica, Barcelona 1984.

Agradecimientos

El presente trabajo es parte del Proyecto de Cooperación Binacional CNR (Italia) – CONCYTEC (Perú): "Análisis de la manufactura precolombina del Perú, con especial interés en objetos de oro y recubiertos en oro", asimismo la Br. Sandra Zambrano Alva, agradece a la comisión organizadora de SPECTRA 2012 por el apoyo recibido, así como a todo el equipo humano que compone el grupo de investigación.

Imagen de fondo: Personaje D perteneciente a la escena de "El Sacrificio" de una vasija Moche.

Figura C.3: Póster presentado en SPECTRA 2012



Caracterización de la Corona Metálica del Adolescente Acompañante de un Guerrero, Perteneciente al Complejo Arqueológico Huaca Rajada – Sipán



Sandra Zambrano A^{*1}, Angel Bustamante D¹, Gabriel M. Ingo², Cristina Ricucci², Tilde de Caro², Luis Chero³, Roberto Cesareo⁴, Giovanni E. Gigante⁵.

1. Facultad de Ciencias Físicas, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima, Perú
 2. Istituto per lo Studio dei Materiali Nanostrutturati-CNR, Area Ricerca RM1-Montelibretti, Rome, Italy
 3. Museo de Sitio Huaca Rajada – Sipán, Lambayeque, Perú
 4. Dipartimento di Matematica e Fisica, Università di Sassari, Sassari, Italy
 5. Dipartimento di Energetica, Università di Roma "La Sapienza", Rome, Italy
- *sandradelajarra@gmail.com

Introducción

Se presenta el análisis realizado a dos fragmentos metálicos pertenecientes a la corona del adolescente acompañante de un guerrero de la élite Mochica encontrado en la tumba 16.

Se realizaron análisis por microscopio óptico (MO), metalográfico (MEF) y electrónico de barrido (SEM) realizados en el Istituto per lo Studio dei Materiali Nanostrutturati – Roma.



Ubicación geográfica del complejo arqueológico Huaca Rajada, en la costa norte del Perú, imagen obtenida en Google maps.

Resultados Microscopio Óptico y MEF

Vista Externa de los Fragmentos

Muestras a analizar:



16A:
Ancho: 15,5 mm.
Altura: 12 mm.

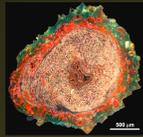


16B:
Diámetro aprox:
2,4 mm.

Sección Interna de los Fragmentos



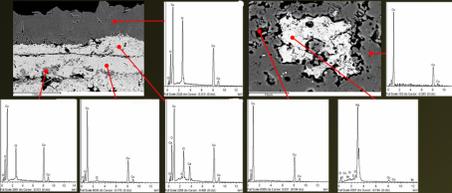
16A: Imagen con aumento 100x, en campo claro, donde se observa en tono amarillo brillante, la parte metálica aún conservada en el centro del fragmento.



16B: Imagen con aumento 50x, en campo oscuro, se puede apreciar la oxidación y corrosión de la muestra, así como por las capas formada se deduce la técnica de manufactura.

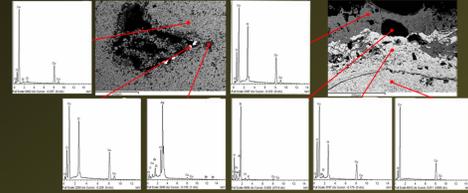
Resultados SEM - EDS

Análisis del Interior del Fragmento 16A



Según los espectros obtenidos del interior del núcleo, se infiere que la lámina es de Cu con presencia de Ag en la parte central, los elementos propios de la oxidación de la muestra son: O y Cl. Se encuentra también elementos ajenos a la pieza como Ca, Si y Br. No se aprecia ningún revestimiento en la lámina.

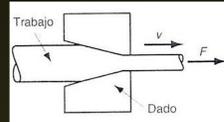
Análisis del Interior del Fragmento 16B



Según los espectros obtenidos del interior del hilo metálico, se trata de un hilo de Cu con presencia de Ag en la parte central, los elementos propios de la oxidación de la muestra son: O y Cl. Se encuentra también elementos ajenos a la pieza como Al, Si y Br.

Técnica de Manufactura de Hilos Metálicos

La civilización precolombina existían dos formas de hacer hilos metálicos, la primera llamada **trefilado**, técnica que consistía en pasar el hilo metálico por unos orificios los cuales eran cada vez de menor diámetro, lo cual hacía que el hilo fuese más delgado cada vez. La segunda técnica utilizada en la antigüedad, era el **rolado** lo cual consistía en trabajar con las manos el metal haciendo un rollo y de acuerdo a la presión y movimientos realizados, se disminuye su grosor hasta el deseado[1].



Técnica del trefilado

• Por la observación en el MEF, de las capas en el interior del hilo metálico, podemos decir que la técnica utilizada para la realización del mismo es el rolado.

Conclusiones

- Se observaron los la coloración rojiza, verde y marrón, propios de la oxidación y corrosión del cobre.
- Los fragmentos analizados son de cobre con presencia de plata en la parte central del núcleo.
- La técnica de manufactura con la que se realizó el hilo metálico es la técnica del rolado.

Referencias

[1] Luisa M. Vetter. *Plateros Indígenas en el Virreynato*.

Agradecimientos

El presente trabajo es parte del Proyecto de Cooperación Binacional CNR (Italia) – CONCYTEC (Perú): "Análisis de la manufactura precolombina del Perú, con especial interés en objetos de oro y recubiertos en oro", asimismo la Br. Sandra Zambrano Alva, agradece a todo el equipo humano que compone el grupo de investigación.

Imagen de fondo:
Reconstrucción virtual de la Tumba 16 del Complejo Arqueológico Huaca Rajada - Sipán.

Figura C.4: Póster presentado en el XXI SPF - Trujillo.



Caracterização da Coroa Metálica do Adolescente Companheiro de um Guerreiro do Complexo Arqueológico Huaca Rajada - Sipán

Sandra Zambrano A^{1*}, Angel Bustamante D², Gabriel M. Ingo³, Cristina Riccacci⁴, Tilde de Caro⁵, Luis Charo⁶, Roberto Casaneo⁶, Giovanni E. Gigante⁶

1. Facultad de Ciencias Físicas, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima, Perú
2. Istituto per lo Studio dei Materiali Storici (ISMST-CNR), Area Science-MI, Montebelluna, Rome, Italy
3. Museo de Sipán Huaca Rajada - Sipán, Lambayeque, Perú
4. Dipartimento di Matematica e Fisica, Università di Sassari, Sassari, Italy
5. Dipartimento di Energetica, Università di Roma "La Sapienza", Rome, Italy
* e-mail: zambrano@unmsm.edu.pe



Introdução

Apresentamos e analisamos dois fragmentos de metal pertencentes à coroa de adolescente companheiro de um guerreiro da elite Moche, encontrados no túmulo 16.

As análises foram realizadas por microscopia óptica (MO), metalográfica (MEF) e espectroscopia de varredura (SEM) realizada no Instituto per lo Studio dei Materiali Storici (ISMST) - Roma.

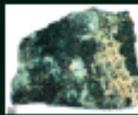


Localização geográfica do complexo arqueológico Sipán, na costa norte do Peru, imagem obtida a partir do Google maps.

Análise de Microscopia Óptica e MEF

Vista Exterior dos Fragmentos

As amostras a serem analisadas:

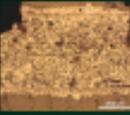


16A: Comprimento: 10,2 mm; Altura: 12 mm.

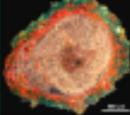


16B: Diâmetro aproximado: 2,1 mm.

Seção Transversal dos Fragmentos



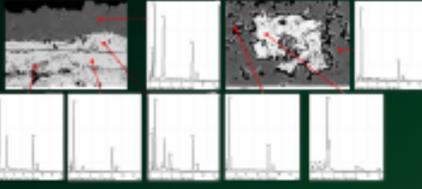
16A: Imagem com ampliação de 100x em campo claro, mostrando na parte da metalizada preservada no centro do fragmento.



16B: Imagem com ampliação de 10x, em campo escuro, está pode ver a usinagem e corrosão das amostras, bem como as ranhuras formadas pela técnica de fabricação.

Análise de SEM - EDS

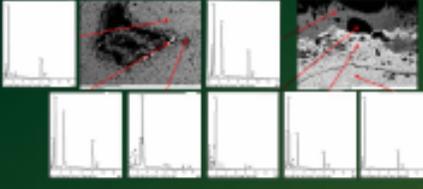
Análise do Interior do Fragmento 16A



De acordo com o espectro obtido para dentro do núcleo, segue-se que a liga é de **Cu** com **Ag** presente na parte central, os elementos da usinagem da amostra são **O** e **Cl**.

É também a parte do lado de fora elementos, tais como **Ca**, **Si** e **Fe**. Não são quaisquer recristalizações sobre a liga.

Análise do Interior do Fragmento 16B



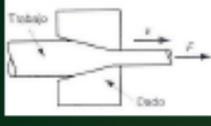
De acordo com o espectro obtido no interior do fio metálico é um fio de **Cu** com **Ag** presente na parte central, os elementos da usinagem da amostra são **O** e **Cl**.

É também a parte do lado de fora elementos, tais como **Si**, **Fe** e **Br**.

Técnica de Fabricação do Fio de Metal

Na civilização perubolombiana existia duas formas de fazer o fio, a primeira chamada "trellida", esta técnica consistia em passar o fio através de buracos que foram de menor diâmetro, se tornando mais fino e fino.

A segunda técnica utilizada na antiguidade foi "rolada" envolvia o trabalho com os metais a metal, fazendo um rolo, de acordo com a pressão e os movimentos feitos, a sua espessura é reduzida para a desejada [1].



Técnica do trellido.

-Pela observação na MEF das ranhuras no interior do fio de metal, pode-se dizer que a técnica utilizada para a fabricação do fio é a rolada.

Conclusões

- Foi observado que a usinagem é vertical, sendo a maioria feita de usinagem e corte de rolos.
- Os fragmentos analisados são de cobre com presença de prata no centro do núcleo.
- A técnica de fabricação do fio de metal é a "rolada".

Referências

[1] Latta M. Varios. *Altares Indígenas*. Lima: Virreyes.

Agradecimentos

Este trabalho faz parte do Projeto de Cooperação Binacional CNR (Itália) - CONCYTEC (Perú) "Análisis de la manufactura perubolombiana del Perú, con especial énfasis en objetos de oro y recubiertos en oro", también a Dr. Sandra Zambrano Aho, a quien agradezco con todo el corazón que sea el grupo de personas.



Imagens de fundo:
Reconstrução e
situação da Tumba
16 do Complexo
Arqueológico
Huaca Rajada
Sipán.

Figura C.5: Póster apresentado na escola do arqueometria em Rio.

Bibliografía

- [1] Periódico El Comercio, noticias online.
- [2] Sociedad Nacional de Minería, Petróleo y Energía. Sitio web.
- [3] Sitio web de Minería de Chile.
- [4] Walter Alva and Luis Chero. El sacerdote guerrero: Un nuevo personaje de la élite mochica. Informe arqueológico, 2009.
- [5] Pedro Alva Mariñas. En búsqueda del personaje D de la élite moche. *Tzhoecoen*, 02:164 – 178, 2008.
- [6] R. Cesareo. X-ray physics: Interaction with matter, production, detection. *Rivista del Nuovo Cimento*, 28 N° 7, 2000.
- [7] R. Cesareo, C. Calza, M. Dos Anjos, R.T. Lopes, and A. Bustamante. Pre-columbian alloys from the royal tombs of sipán; energy dispersive x-ray fluorescence analysis with a portable equipment. *Applied Radiation and Isotopes*, 68:525–528, 2010.
- [8] Luis Chero Zurita. Sipán: Reconstruyendo la historia y forjando identidad. *Tzhoecoen*, 02:182, 2008.
- [9] Luis Chero Zurita. La tumba del joven guerrero de la nobleza de sipán. Informe arqueológico, 2009.
- [10] Luis Chero Zurita. Informe de los trabajos de investigación en las unidades ii: C y ii: B de la plataforma funeraria, sector i del complejo arqueológico huaca rajada - sipán. Informe arqueológico, 2010.
- [11] Pamela Castro de la Mata. Tecnologías de cobre dorado y evidencias de reutilización de metal en el cementerio prehispánico de tablada de lurín, lima - Perú. *Metalurgia en la América antigua: teoría, arqueología, simbología y tecnología de los metales prehispánicos.*, 253:481 – 500, 2007.
- [12] Patrick Echlin. *Handbook of Sample Preparation for Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Springer, 2009.

-
- [13] Kittel. *Introduction to Solid State Physics*. John Wiley & Sons, Inc, 1953.
- [14] Heater Lechtman. Metalurgia superficial precolombina. *Investigación y Ciencia*, 95:20–28, 1984.
- [15] José Navarro and Clodoaldo Roldán. *La Ciencia y El Arte, Ciencias experimentales y conservación del Patrimonio Cultural*. Ministerio de Cultura, España, 2010.
- [16] Juanita Sáenz Obregón. Notas sobre la restauración y conservación de los metales precolombinos. *Boletín del Museo del Oro*, 28, 1990.
- [17] Jon Orloff. *Handbook of Charged Particle Optics*. Taylor and Francis Group, 2009.
- [18] Luisa María Vetter Parodi. *Plateros indígenas en el Virreinato del Perú: siglos XVI y XVII*. Editorial San Marcos, Lima - Perú, 2008.
- [19] Catherine Sease. Benzotriazole: A review for conservators. *Studies and Conservation*, 23 N° 2:76 – 85, 1978.
- [20] Sandra Zambrano Alva. Entrevista personal al arq. Luis Chero. 2011.

Agradecimientos

A *Dios* y la *Virgen del Pilar*, quienes me protegen y guían en este largo camino.

A las instituciones: CSI, Concytec y CNR - Italia, que con su apoyo y financiamiento, creyeron y apostaron en este proyecto de investigación; Así mismo, a la UNMSM, la casa de estudios que me acogió e instruyó, para así formar a la profesional que ahora soy y la que me dió un gran ejemplo a seguir; como lo es mi asesor el *Dr. Ángel Bustamante*, quien gracias a sus consejos, alegría y dinamismo acrecentaron en mí el amor a mi profesión.

Al equipo de investigadores del proyecto binacional, que me han ayudado en la elaboración de la tesis, de modo especial a los integrantes del ISMN: Dr. Gabriel Ingo, Dra. Cristina Ricucci y Dra. Tilde de Caro quienes fueron los que me guiaron y enseñaron a utilizar las técnicas de microscopía aquí presentadas. Al Arq. Luis Chero por las facilidades brindadas para la obtención de las muestras y de información arqueológica de las mismas. Al Dr. Roberto Cesáreo, especialista en FRX de la Universidad de Sassari, que junto con el Dr. Bustamante iniciaron a estudiar la manufactura metálica precolombina, de ahí proviene esta tesis. Al Dr. Giovanni Gigante, de quien he podido aprender mucho, investigador de la Università Sapienza di Roma, parte de nuestro equipo de investigación binacional Italia - Perú; así mismo a los profesionales que me han ayudado en el desarrollo de esta tesis.

A mis amigos y colegas físicos, unos residentes en este país y otros fuera de él, gracias a estos grandes profesionales por su eficiente ayuda.

A mis amigos no físicos, Nathalia Ll. y Elsy A. mis mejores amigas desde hace muchos años. A los distintos miembros del MVC, que con sus oraciones me impulsaron a seguir; a mis amigos de KoC y Malunda, quienes aliviaron la presión que conllevó la realización de esta tesis; a Alberto R. por la compañía y comprensión.

A mi familia; principalmente a mi madre, la señora *Zoila Alva*, quien dió y sigue dando todo de sí, de la misma forma que mi padre el señor Héctor Zambrano, ambos esforzándose por darme lo mejor a mí y mis hermanas, Sara y Zarella; quienes junto a mis sobrinas, Claudia y Andrea, hacen de cada día un día distinto. A mis tíos Mesías, Moisés y Miguel Zambrano, quienes han apoyado en distintas formas mis estudios universitarios.

Me estoy olvidando de mencionar a muchas personas pero a todas ellas mi profundo agradecimiento...

Gracias totales!