

ANEXO.

AVANCE SOBRE EL ESTUDIO ANALÍTICO DE TRES FRAGMENTOS DE ESTATUARIA IBÉRICA PROCEDENTE DE CAUDETE (ALBACETE)

Isidro Martínez Mira*
Eduardo Vilaplana Ortego*
Olga Cornejo Navarro*
M^a. A. García del Cura**

En estas breves notas se da un avance de las analíticas que se están realizando sobre tres fragmentos de elementos arquitectónicos ibéricos recuperados en Caudete (Albacete) y que pudieran proceder de la necrópolis de Capuchinos. Hasta el momento se han realizado análisis mediante Fluorescencia de Rayos X (FRX) para determinar su composición elemental y Difracción de Rayos X (DRX) para conocer los principales compuestos cristalinos de las muestras.

TÉCNICAS EMPLEADAS

El análisis químico elemental, tanto cualitativo como cuantitativo, fue realizado mediante Fluorescencia de Rayos X (FRX) en un equipo Phillips Magic Pro equipado con un tubo de rodio y una ventana de berilio. Con un espectrómetro secuencial, el PW2400, que cuenta con un canal de medida gobernado por un goniómetro que cubre la totalidad del rango de medida del instrumento: los elementos comprendidos entre el flúor (F) y el uranio (U).

Para identificar los componentes mineralógicos de las muestras mediante su cristalografía por difracción de rayos

X (DRX) se utilizó un equipo Bruker D8-Advance, equipado con un generador de rayos X KRISTALLOFLEX K 760-80F, usando una radiación Cu K α ($\lambda = 1.54\text{\AA}$), con una energía de 40 kV y 40 mA de corriente. Todos los experimentos de difracción de Rayos X se realizaron en un rango de amplitud de 2θ de 4 a 70 grados, con un paso angular de 0.025 grados y un tiempo de paso de 3 segundos. Los análisis se realizaron a una temperatura ambiente de 25° C.

Las muestras también se analizarán mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y Lámina Delgada.

RESULTADOS DEL ANÁLISIS MEDIANTE FRX

Se han analizado tres fragmentos que corresponden a un fragmento de sillar con banda de ovas (Capuchinos 2), pilar estela (Capuchinos 1) y un fragmento de bajo relieve (Capuchinos 5). En la tabla 1 se pueden observar los resultados obtenidos mediante la técnica de FRX.

A la vista de los resultados de la Tabla 1 podemos extraer las siguientes conclusiones preliminares:

- El sillar decorado Capuchinos 2 presenta una composición diferente a la de las otras dos mues-

* Instituto Universitario de Materiales (IUMA). Universidad de Alicante - Departamento de Química Inorgánica. Universidad de Alicante.

** Laboratorio de Petrología Aplicada, Unidad asociada CSIC-UA. Universidad de Alicante - Instituto de Geología Económica. CSIC.

Tabla 1. Resultados de los análisis realizados mediante FRX expresados en % en peso normalizado de los óxidos presentes en ellas.

Óxidos	Capuchinos 2	Capuchinos 1	Capuchinos 5
MgO	----	----	0,23
Al ₂ O ₃	1,43	1,91	1,66
SiO ₂	46,07	28,86	31,43
P ₂ O ₅	0,05	0,05	0,05
SO ₃	3,85	0,31	5,61
Cl	0,90	----	----
K ₂ O	0,53	0,38	0,42
CaO	44,76	65,55	57,22
TiO ₂	0,28	0,26	0,34
Fe ₂ O ₃	1,53	2,06	2,73
Rb ₂ O	----	0,04	Trazas
SrO	0,12	0,23	0,18
ZrO ₂	0,04	0,06	0,05
SnO ₂	0,27	----	0,08
BaO	0,20	0,28	Trazas
WO ₃	Trazas	Trazas	Trazas
Suma antes de normalización	21,7%	18,7%	20,3%

tras. Su componente principal es el SiO₂ (46,07%) seguido muy de cerca por el CaO (44,76%). Esto nos indica que se trata de una piedra formada a partir de cuarzo y carbonato cálcico en proporciones similares, con algo de arcilla (Al₂O₃: 1.43%), yeso (SO₃: 3.85%), óxidos/hidróxidos de hierro (Fe₂O₃: 1.53%) y otros compuestos con proporciones inferiores al 1%.

- Las otras dos muestras presentan una composición inversa: el óxido dominante es el CaO y el que está en menor proporción es el SiO₂. Este hecho indica que estemos ante piedras de origen diferente. En el caso del fragmento de pilar Capuchinos 1 y del fragmento Capuchinos 5, pese a que muestran composiciones similares, también tenemos elementos que las diferencian como por ejemplo la presencia de MgO (indicativa de la existencia de Dolomita en la muestra) en el fragmento Capuchinos 5, aunque esté en valores bastante bajos (0.23%). El nivel de Fe₂O₃ en estas dos muestras también es superior a la primera y, al mismo tiempo, también es diferente entre sí. Estas razones nos inclinan a pensar que también estamos ante dos muestras de procedencia diferente.

Los porcentajes de los óxidos antes de su normalización son bastante bajos lo que nos indica la presencia de elementos no detectables mediante esta técnica como oxígeno, hidrógeno y carbono en cantidades apreciables lo que se traduciría sobre todo en la presencia de carbonato cálcico y moléculas de H₂O. También estos porcentajes nos invitan a pensar que estamos ante muestras de procedencia diferente.

RESULTADOS DEL ANÁLISIS MEDIANTE DRX

Para analizar los resultados de esta técnica hay que tener presente algunas de sus características: (1) sólo informa de las fases cristalinas que se encuentran presentes en la muestra pero no de las fases amorfas; (2) tampoco informa de los componentes orgánicos si es que existe alguno; (3) es difícil identificar las sustancias cristalinas presentes en la muestra si lo están en porcentajes inferiores a un 5% en peso.

Teniendo en cuenta estas limitaciones pasamos a analizar los datos extraídos de la Figura 1 en donde se muestran comparados los difractogramas de las tres muestras y en la Tabla 2 los compuestos detectados en ellos, salvo mejor interpretación.

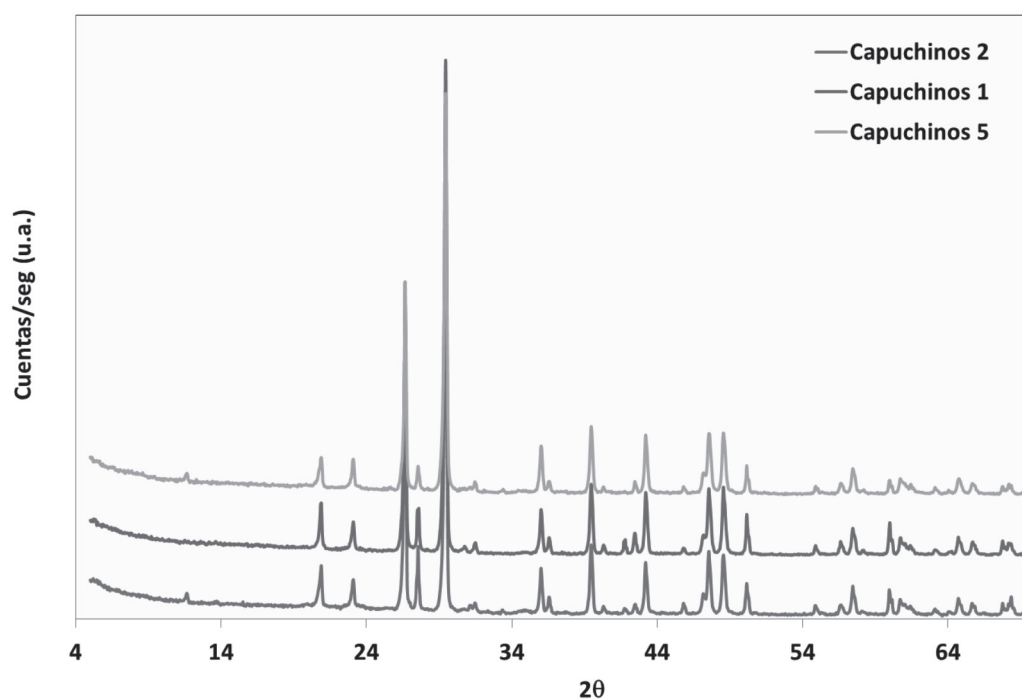


Figura 1. Difractogramas comparados de las tres muestras analizadas.

Para la asignación de los ángulos (2θ) de los difractogramas de las muestras analizadas se han utilizado las siguientes fichas de la base de datos de JCPDS: para la calcita (CaCO_3) se ha utilizado la ficha 05-0586, para el cuarzo (SiO_2) la 46-1045, para la microclina (KAlSi_3O_8) la 01-0705 y para el yeso ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) la 33-0311 y la 06-0046.

Si al interpretar los análisis sólo tuviéramos en cuenta los análisis mediante difracción de Rayos X podríamos aseverar que las muestras n° 2 y n° 5 tienen una composición idéntica porque sus difractogramas son idénticos mientras que la muestra n° 1 no contiene yeso en su composición (al menos en cantidades detectables mediante esta técnica) y entonces tendría una composición diferente. Sin embargo, y como ya hemos comentado, los resultados de la Tabla 1 nos muestran tres composiciones diferentes.

La nota característica de las tres muestras es la presencia de microclina que es un feldespato de la serie de los feldespatos alcalinos. Suele aparecer en rocas plutónicas como el granito, en rocas metamórficas como esquistos verdes, en ambientes hidrotermales o como un componente detrítico en rocas sedimentarias (<http://rruff.info/doclib/hom/microcline.pdf>) que sería el caso de las tres muestras en las que aparece en asociación con el cuarzo (Figura 2).

Primeros resultados del estudio petrográfico sobre lámina delgada

Las tres rocas pertenecen a la era terciaria formadas en un ambiente sedimentario marino.

Tabla 2. Resumen de los compuestos detectados, salvo mejor interpretación, en las muestras analizadas.

Compuesto identificado	Fórmula química	Capuchinos 2 (JCPDS)	Capuchinos 1 (JCPDS)	Capuchinos 5 (JCPDS)
Calcita	CaCO_3	05-0586	05-0586	05-0586
Cuarzo	SiO_2	46-1045	46-1045	46-1045
Microclina	KAlSi_3O_8	01-0705	01-0705	01-07-05
Yeso	$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	33-0311	-----	06-0046

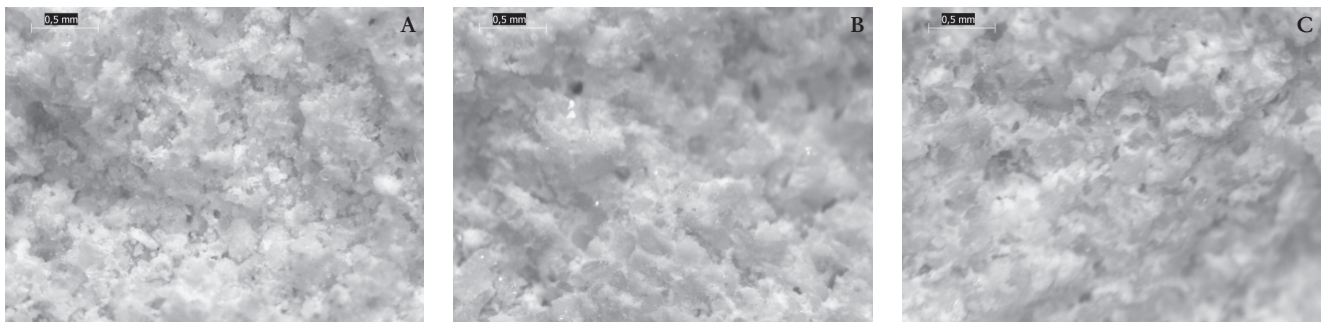


Figura 2: Imágenes (35X) de las tres muestras: Capuchinos 2 (A), Capuchinos 1 (B) y Capuchinos 5 (C)

Capuchinos 2: Presenta un tamaño de grano más fino y un contenido ligeramente superior en detríticos, los fósiles presentes están muy fragmentados.

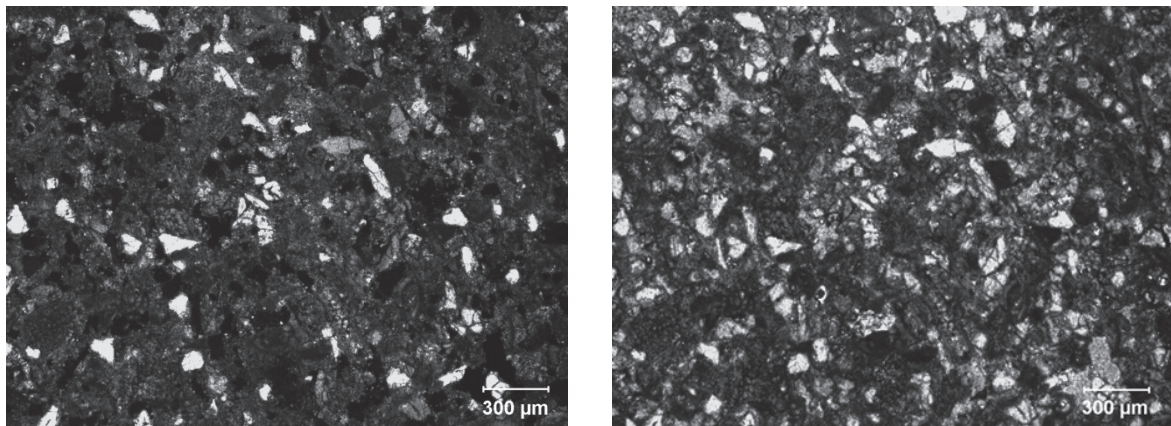


Figura 3: Capuchinos 2: 5x nicoles cruzados, nicoles paralelos

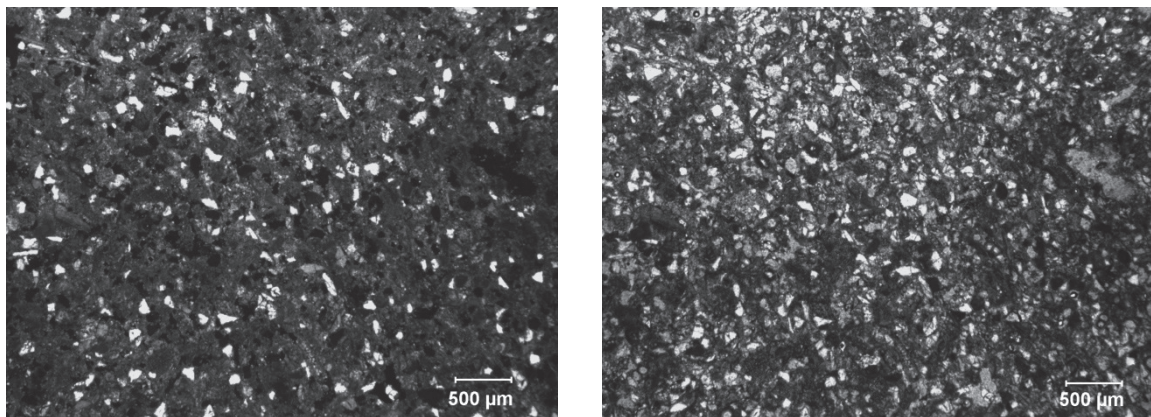


Figura 4: Capuchinos 2: 25x nicoles cruzados, nicoles paralelos

Capuchinos 1: El Pilar tiene un tamaño de grano similar al fragmento nº 2, si bien parece corresponder a una facies diferente según se deduce del estado de conservación de los fósiles. Abundantes globigerínidos, preferentemente enteros, y abundante porosidad intrapartícula (su densidad será algo menor).

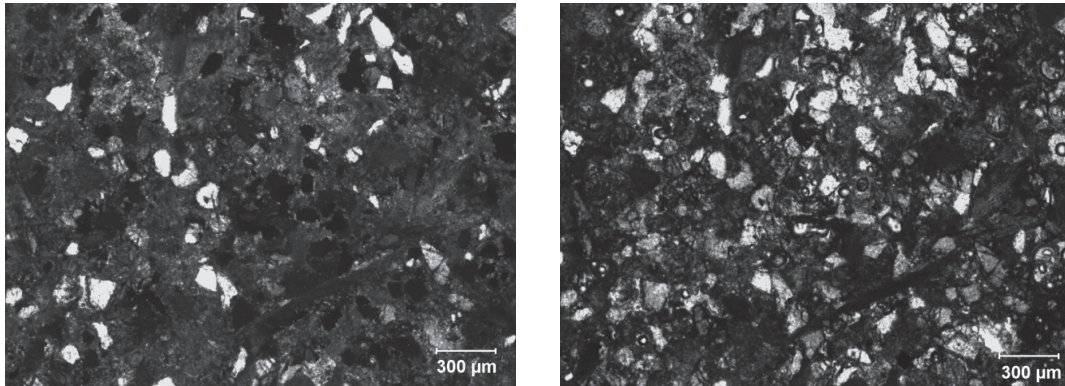


Figura 5: Capuchinos 1: 5x nicoles cruzados, nicoles paralelos

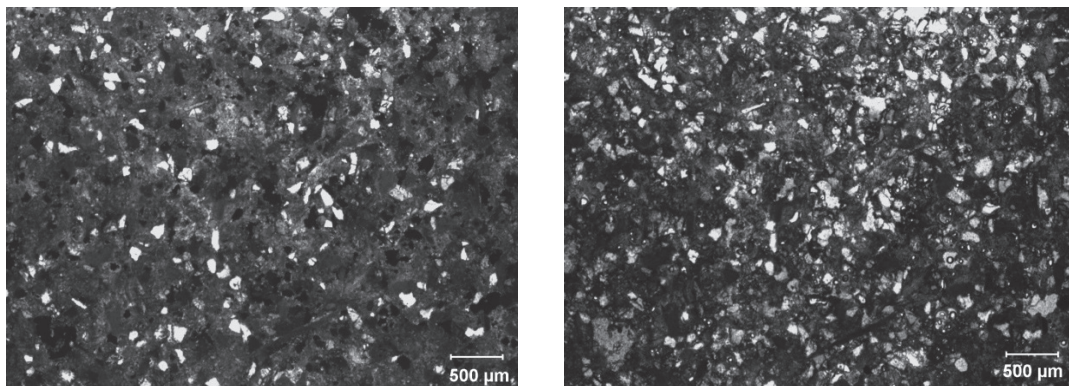


Figura 6: Capuchinos 1: 25x nicoles cruzados, nicoles paralelos

Capuchinos 5: Es ligeramente más gruesa y con los detríticos más irregularmente distribuidos a la microescala. Se observa algún nivel de grosor variable de calcita micrítica. Algún fragmento de dolomía cristalina. También tiene un mayor contenido en fósiles (foraminíferos de varias especies, enteros y fragmentados) y más variados (también fragmentos de fósiles principalmente de briozoos, también moluscos y equinodermos en menor cantidad).

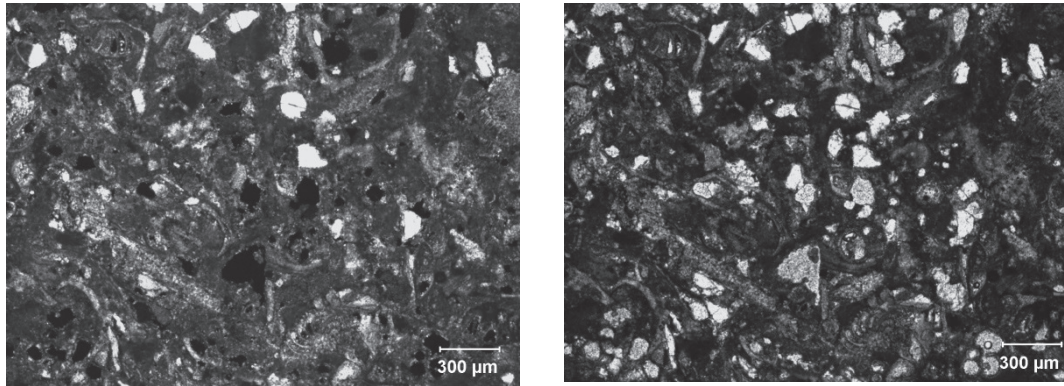


Figura 7: Capuchinos 5: 5x nicoles cruzados, nicoles paralelos

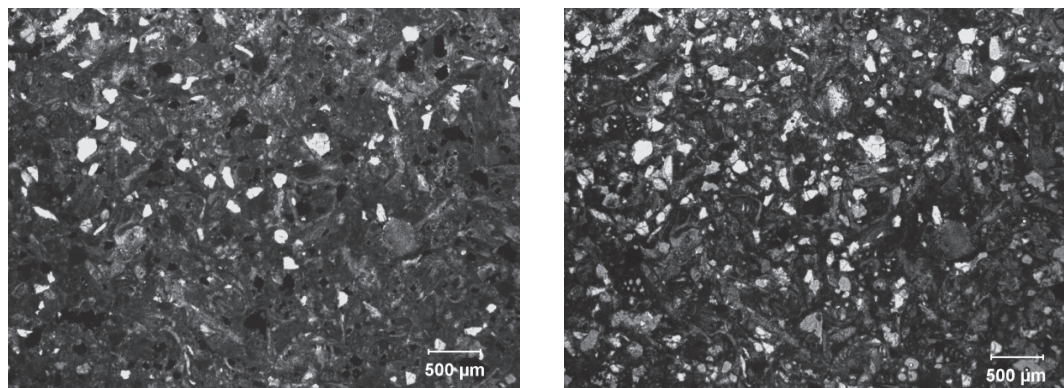


Figura 8: Capuchinos 5: 25x nicoles cruzados, nicoles paralelos