

APLICACIÓN DE LA TÉCNICA DE POROSIMETRÍA DE INTRUSIÓN DE MERCURIO (MIP) A LA CARACTERIZACIÓN DE CERÁMICAS DE ORIGEN TARTESO

*María Jesús Mosquera Díaz⁽¹⁾, Estela Ruiz Herrera⁽¹⁾
y María José Feliu Ortega⁽¹⁾*

Resumen

La aplicación de la Porosimetría de Intrusión de Mercurio en el estudio de caracterización de un conjunto de cerámicas de origen tarteso, ha permitido constatar que se trata de una excelente herramienta para conseguir una completa identificación, en cuanto a origen, época y proceso de elaboración, de cualquier material cerámico de interés arqueológico. La obtención de dos distribuciones de poro diferentes en función del método de fabricación empleado, sugiere la utilidad de dicho parámetro en la identificación del proceso de elaboración. En este sentido, la aplicación de la técnica de Espectroscopía ICP-AAS no ha permitido establecer diferencias entre ambos procesos.

Palabras clave: Porosimetría de Intrusión de Mercurio, cerámicas tartesas, identificación del proceso de elaboración y origen de las muestras.

1. INTRODUCCIÓN

La Porosimetría de Intrusión de Mercurio (MIP) constituye una excelente herramienta para la caracterización microestructural de cualquier tipo de sólido poroso [1, 2, 3 y 4]. En este trabajo, se ha utilizado dicha técnica, en el estudio de caracterización de un conjunto de muestras cerámicas identificadas por los arqueólogos como tartésicas, y elaboradas por dos procedimientos diferentes (a torno y a mano). El objetivo del presente trabajo se centra en utilizar la información aportada por la Porosimetría (valores de porosidad total y distribución de radio de poros, básicamente) como parámetros de referencia en la identificación del origen, método de elaboración y época de las muestras ensayadas. Con el objeto de comparar la información suministrada por

⁽¹⁾ Dpto. Química-Física. Facultad de Ciencias. Polígono Rfo San Pedro Apdo. de Correos 40. 11510 Puerto Real (Cádiz)

esta técnica, con los resultados obtenidos mediante otros procedimientos que gozan de mayor popularidad dentro del campo de la Arqueometría, se determinó la composición química de los elementos que componen las cerámicas mediante Espectroscopía ICP-AAS.

2. INSTRUMENTACIÓN

2.1. POROSIMETRÍA DE INTRUSIÓN DE MERCURIO (MIP)

Los ensayos MIP se realizaron en un Porosímetro modelo Pascal (Fisons Instruments), capaz de trabajar en un intervalo de presiones desde vacío (0,1 KPa) hasta 300 Mpa. La aplicación de este amplio rango de presiones ha permitido detectar los poros presentes en el material, en el rango 58 μm a 2 nm. A partir de los valores de mercurio intruido en la muestra y el intervalo de presiones externas aplicadas, se han obtenido los datos de porosidad total y la distribución de radios de poro de todas las muestras ensayadas.

Previamente a la realización del ensayo, las muestras se limpiaron en un baño de ultrasonidos y se secaron en una estufa a 60 °C hasta peso constante, con el objeto de eliminar cualquier posible artefacto debido al proceso de corte. Las limitaciones del dilatómetro de análisis, en cuanto al tamaño de las muestras, ha requerido el empleo de probetas de 2 cm³.

2.2. ESPECTROSCOPIA ICP-AAS

El análisis de los elementos químicos que componen las cerámicas objeto de estudio ha sido llevado a cabo mediante Espectroscopía ICP-AAS. En total, ocho elementos químicos típicos de las pastas cerámicas antiguas: aluminio, silicio, magnesio, sodio, potasio, hierro, calcio y titanio han sido analizados mediante esta técnica.

Con el fin de determinar posibles agrupaciones de las muestras en función de la cantidad de cada elemento presente en la cerámica, se ha procedido a realizar un análisis estadístico multivariante de los resultados cuantitativos obtenidos.

3. DISCUSIÓN DE RESULTADOS MIP

Como se aprecia en las tablas 1 y 2, el valor de porosidad total resultó ser similar para todas las muestras ensayadas, no observándose variaciones significativas entre el valor medio de muestras elaboradas a mano (28,07%) y realizadas a torno (27,03%). El empleo de este parámetro no ha permitido apreciar diferencias entre procedimientos de elaboración.

La distribución de radios de poro permanece constante entre muestras de un mismo grupo, observándose claras diferencias en función del método de elaboración utilizado (tablas 1 y 2): En cerámicas fabricadas a mano, la mayor proporción de poros (25%) presenta un valor de radio situado en el intervalo 0,17-0,04 μm , mientras para las

Tabla 1. Valores de Porosidad total y de distribución de radios de poro correspondientes al conjunto de cerámicas elaboradas a mano.

Muestra	Porosidad total (%)	Rango Poros 78-1,7 μm (%)	Rango Poros 1,7-0,04 μm (%)	Rango Poros 0,04-0,001 μm (%)
1	33,05	8,71	54,87	36,42
2	23,18	5,10	65,38	29,52
3	28,15	2,40	58,72	38,88
4	27,87	3,11	73,93	22,96
5	28,08	2,82	65,32	31,86
MEDIA	28,1 (3,5)	4,4 (2,6)	63,6 (7,3)	31,9 (6,2)

* Los números entre paréntesis corresponden a los valores de desviación estándar.

Tabla 2. Valores de Porosidad total y de distribución de radios de poro correspondientes al conjunto de cerámicas elaboradas a torno.

Muestra	Porosidad total (%)	Rango Poros 78-1,7 μm (%)	Rango Poros 1,7-0,04 μm (%)	Rango Poros 0,04-0,001 μm (%)
1	29,83	1,99	83,32	14,68
2	25,74	3,91	75,14	20,94
3	30,86	5,18	76,88	17,93
4	26,01	4,04	75,00	20,96
5	23,69	2,78	79,67	17,54
MEDIA	27,2 (3,0)	3,6 (1,2)	78,0 (3,5)	18,4 (2,6)

* Los números entre paréntesis corresponden a los valores de desviación estándar.

muestras elaboradas a torno, el mayor número de poros (30%) presenta un valor de 0,24 μm . En la figura 1, se muestran la distribución de radios de poro para el conjunto de muestras seleccionados.

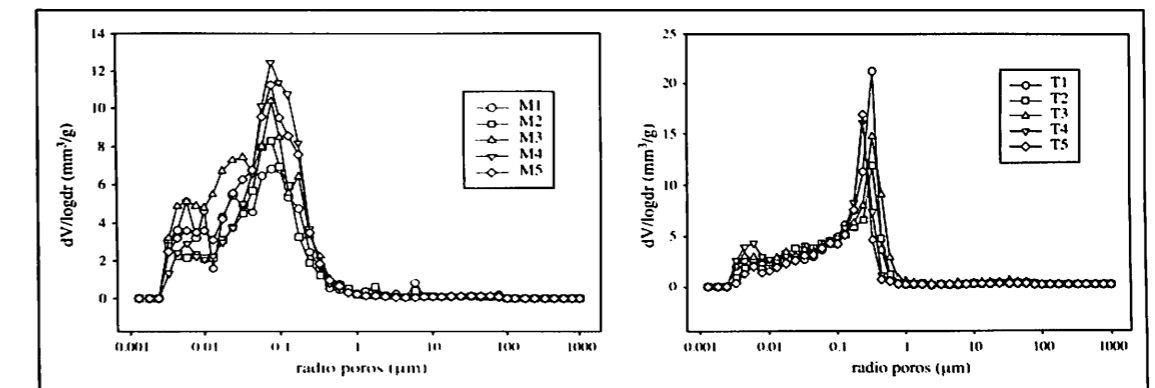


Figura 1. Gráficas de distribución de radios de poro correspondientes a un conjunto de cerámicas elaboradas mediante dos procedimientos diferentes: a mano (M) y a torno (T).

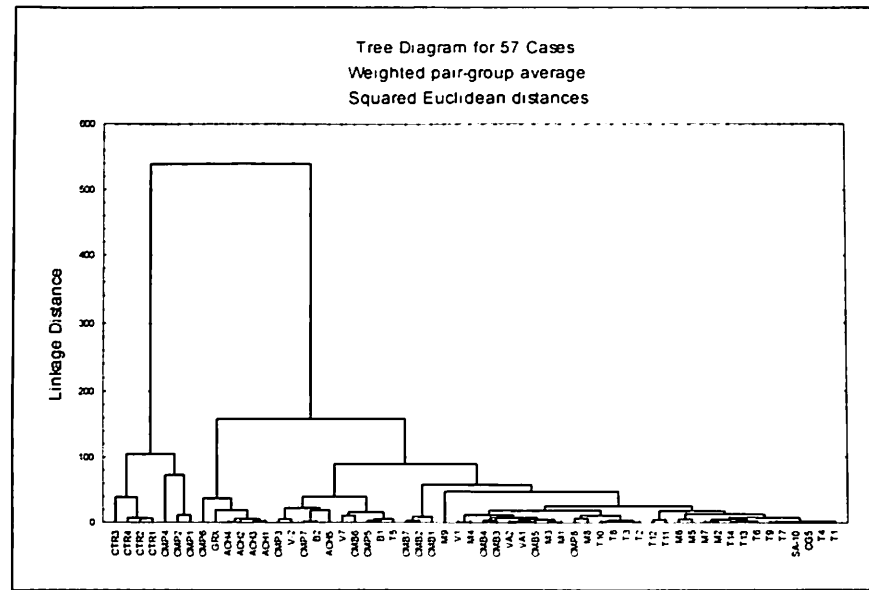


Figura 2.
Análisis
multivariante
de los resultados
obtenidos
mediante
Espectroscopía
ICP-AAS.

4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS ICP-AAS

La aplicación de esta técnica no permite establecer ningún tipo de diferencia entre procesos de elaboración. En el análisis multivariante de los resultados obtenidos (figura 2), cerámicas a torno (T*) y cerámicas a mano (M*) aparecen en grupos similares. En conclusión, la composición química de las muestras no puede ser utilizada, en modo alguno, como parámetro identificador de su proceso de elaboración.

5. CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos en el presente trabajo permiten establecer las siguientes conclusiones:

- Todas las muestras cerámicas presentan un valor similar de porosidad total que puede ser utilizado como parámetro identificador de su origen.
- Las variaciones observadas en la distribución de radio de poro en función de su proceso de elaboración, sugieren la importante utilidad de esta técnica para identificar el tipo de fabricación de cualquier muestra cerámica.
- El análisis químico de los elementos mediante Espectroscopía ICP-AAS no ha permitido establecer ningún tipo de diferencia entre ambos procesos de fabricación.
- Este hecho permite concluir, que la caracterización microestructural de cualquier material de interés arqueológico resulta de vital importancia para lograr la completa identificación de su origen, época y tipo de fabricación.

6. AGRADECIMIENTOS

La realización de este trabajo ha sido financiada por el Proyecto PB96-1521-CO 3-02, titulado "Caracterización arqueométrica de cerámica".

7. BIBLIOGRAFÍA

- [1] Moscou, L. y Lub., S., 1981, Practical use of mercury porosimetry in the study of porous medi, *Powder Tech.* **29**, 45-52.
- [2] Laskar, M.A., Kumar, R. y Bhattacharjee, B., 1997, Some aspects of evaluation of concrete through MIP, *Cement and concrete research* **27**, 93-105.
- [3] Del Rey, F., 1995, Porosimetría de mercurio, en *Técnicas de diagnóstico aplicadas a la conservación de los materiales de construcción en los edificios históricos* (ed. Junta de Andalucía. IAPH).
- [4] Mosquera, M.J., Rivas, T., Prieto, B. y Silva, B., 1999, Capillary rise in granitic rocks. Interpretation of the kinetic on the basis of pore structure. *Int. J. Colloid. And Int. Sci.* (en prensa)