

DATACIÓN DE CERÁMICA DE EL TIGRE, CAMPECHE, POR EL MÉTODO DE TERMOLUMINISCENCIA

Pedro R. GONZÁLEZ MARTÍNEZ*
Ernesto VARGAS PACHECO**
M. Rigel DE LA PORTILLA QUIROGA***
Demetrio MENDOZA ANAYA*
Ángel RAMÍREZ LUNA****
Peter SCHAAF****

Recibido el 9 de junio de 2015; aceptado el 22 de febrero de 2016

Resumen

En este trabajo se presentan los resultados de la datación por termoluminiscencia (TL) de muestras de cerámica, halladas en el Proyecto Tigre-Campeche, en el Estado de Campeche.

Se estudiaron ocho muestras del sitio El Tigre y doce muestras del sitio Santa Clara. Sin embargo, solamente la muestra del Tigre clasificada como TA2, fue apropiada para su fechamiento, en el caso de las muestras de Santa Clara solamente las muestras clasificadas como SC6, SC31 y SC36, fueron buenas candidatas a fechar. El intervalo de dosis artificial de radiación

* Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ), 52750 La Marquesa, Ocoyoacac, México.

** Instituto de Investigaciones Antropológicas, UNAM, Circuito Interior, C.U., 04510 Ciudad de México.

*** Escuela Nacional de Antropología e Historia (ENAH), Periférico Sur y Zapote s/n, 14030 Ciudad de México.

**** Instituto de Geofísica, UNAM, Circuito Interior, C.U., 04510 Ciudad de México.

beta de ^{90}Sr fue entre 2.5 y 12 Gy. La señal TL se obtuvo calentando las muestras a $20\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ en el equipo lector de TL Daybreak. Para conocer la tasa de dosis anual, se determinó la concentración de potasio (K) mediante la técnica de espectroscopia de dispersión de energía de rayos X (EDS) en el microscopio electrónico de barrido, mientras que el contenido de uranio (U) y torio (Th) se determinó mediante la técnica de Análisis por Activación Neutrónica, usando el reactor TRIGA MARK III. La contribución de la radiación gamma del suelo donde quedaron sepultadas las muestras, así como la contribución de la radiación cósmica, se midió con dosímetros TL de LiF:Mg,Cu,P+PTFE desarrollados en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ). Una vez conocida la paleodosis, así como la tasa de dosis anual de cada muestra, se estimó su edad. La edad obtenida para las muestras estudiadas fue: TA2, 2645 ± 106 años; SC6, 1962 ± 76 años; SC31, 1327 ± 62 años y SC36, 1899 ± 47 años. Edades que concuerdan con la tipología de las muestras, así como con la estratigrafía del sitio arqueológico, que muestra una ocupación desde el Preclásico medio, pasando por dos momentos importantes, uno en el Preclásico tardío y otro en el Clásico terminal, que es cuando tiene la mayor ocupación.

Abstract

Thermoluminescence Dating of Ceramic from El Tigre-Campeche

This article presents the results of the thermoluminescence (TL) dating of ceramic samples recovered during the El Tigre-Campeche Project in the State of Campeche. It involved eight samples from the El Tigre site and 12 from the Santa Clara site. However, only the El Tigre sample classified as TA2 was appropriate for dating. From Santa Clara, only those samples classified as SC6, SC31 and SC36 were good candidates to date. Strontium-90 radiation levels of between 2.5 and 12 Gy were used. The TL signals were obtained by warming the samples to $20\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ using a Daybreak TL reader. In order to determine the annual dose rate, the potassium (K) concentration was determined by means of energy-dispersive X ray spectroscopy (EDS) in a scanning electron microscope, whereas the thorium (Th) and uranium (U) content was determined by means of neutron activation analysis (NAA), using a TRIGA MARK III reactor. The contribution of the gamma radiation from the soil in which the samples were buried, as well as the contribution of cosmic radiation, was measured with TL dosimeters of $\text{LiF:Mg, Cu, P+PTFE}$ developed by the Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ). Once the paleodose is known, as well as the annual dose rate of each sample, its age is estimated. The ages obtained for the studied samples were: TA2, 2645 ± 106 years; SC6, 1962 ± 76 years; SC31, 1327 ± 62 years and SC36, 1899 ± 47 years. These ages agree with the typology of the samples,

as well as with the archaeological stratigraphy, and attest to an occupation from Middle Preclassic times, through two important moments, one in Late Preclassic times and another in Terminal Classic times, which is when the greatest occupation took place.

Résumé

Datation par thermoluminescence de céramiques provenant d'El Tigre-Campeche

Cet article présente les résultats de datation par thermoluminescence (TL) d'échantillons de céramique recueillis lors du Projet El Tigre-Campeche dans l'état de Campeche. L'étude est basée sur huit échantillons du site El Tigre et douze du site Santa Clara. Cependant, seulement l'échantillon TA2 du site El Tigre a été jugé approprié pour la datation. Du site Santa Clara, seulement les échantillons SC6, SC31 et SC36 étaient de bons candidats pour la datation. Des niveaux de radiation du Strontium-90 entre 2.5 et 12 Gy ont été utilisés. Les signaux TL ont été obtenus en chauffant les échantillons à 20°C/s utilisant un lecteur TL Daybreak. Afin de déterminer la dose annuelle, la concentration de potassium (K) a été déterminée par le moyen de la spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX) dans un microscope électronique à balayage (MEB), tandis que le contenu en thorium (Th) et en uranium (U) a été déterminé par l'Analyse par Activation Neutronique (AAN) en utilisant un réacteur TRIGA MARK III. La radiation gamma du sol contenant les échantillons, de même que la contribution de la radiation cosmique, ont été mesurées avec des dosimètres TL de LiF:Mg, Cu, P+PTFE développés par l'Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ). Une fois la paléodose connue, de même que le taux annuel de chaque échantillon, les âges ont été estimés. Les âges ainsi obtenus sont : TA2, 2645 ± 106 années; SC6, 1962 ± 76 années; SC31, 1327 ± 62 années and SC36, 1899 ± 47 années. Ces estimations concordent avec les typologies des échantillons ainsi qu'avec les stratigraphies archéologiques et témoignent d'une occupation de l'époque moyenne du pré-Classique en passant par deux moments importants, soit le pré-Classique tardif et le Classique tardif, époque de la plus importante occupation.

Resumo

Datação de cerâmica de El Tigre, Campeche por el método de Termoluminescência

Neste trabalho são apresentados os resultados das datações por termoluminescência (TL) de amostras de cerâmica do Projeto Tigre-Campeche, no

Estado de Campeche. Foram estudadas oito amostras do sítio El Tigre e doze amostras do sítio Santa Clara. Entretanto, somente a amostra do El Tigre classificada como TA2 foi apropriada para ser datada, e no caso das amostras do Santa Clara somente as amostras classificadas como SC6, SC31 e SC 36 foram boas para serem datadas. O intervalo de doses artificiais de radiações beta de ^{90}Sr foi entre 2,5 a 12 Gy. O sinal de TL foi obtido aquecendo as amostras a 200 °C/s em equipamento de TL Daybreak. Para conhecer a taxa de dose anual foi determinada a concentração de potássio (K) mediante a técnica de espectroscopia de dispersão de energia de raios X (EDS) no microscópio eletrônico de varredura. Enquanto que o conteúdo de urânio (U) e tório (Th) foi determinado pela técnica de Análise por Ativação Neutrônica usando o reator TRIGA MARK III. A contribuição da radiação gama do solo onde ficaram sepultadas as amostras, assim como a contribuição da radiação cósmica foram medidas com dosímetros TL de LiF, Mg, CuP+PTFE desenvolvidos no Instituto Nacional de Investigações Nucleares (ININ). Uma vez conhecida a paleo-dose, assim como a taxa da dose anual de cada amostra foi estimada a sua idade. A idade obtida para as amostras estudadas foram : TA2, 2645 \pm 106 anos; SC6, 1962 \pm 76 anos; SC 31, 1327 \pm 62 anos e SC36, 1899 \pm 47 anos. As idades estão de acordo com a tipologia das amostras, assim como com a estratigrafia do sítio arqueológico, que mostra uma ocupação desde o pré-clássico médio, passando por momentos importantes, um no Pré-clássico e outro no Clássico Terminal, que teve a maior ocupação.

Introducción

El estudio de la cerámica revela el tipo de arcilla usada, el grado de avance en las técnicas de cocción y por lo tanto el avance cultural de cada comunidad, y lo más importante, la edad de la pieza arqueológica, esto es, el tiempo transcurrido desde que fue sometida la pieza al calor para darle forma y dureza.

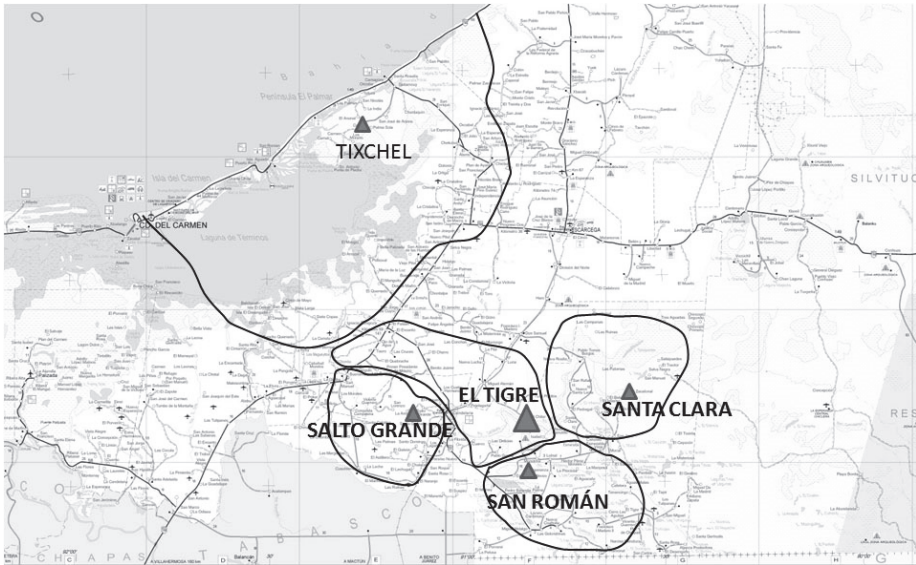
La termoluminiscencia (TL) natural de las muestras arqueológicas, se debe a la acción prolongada de un flujo de radiación nuclear, tanto ambiental como emitida por las impurezas radiactivas contenidas en la misma muestra, o de los alrededores donde quedó sepultada. Los elementos radiactivos presentes son generalmente ^{40}K , ^{87}Rb , ^{232}Th y ^{238}U . Estos se encuentran en concentraciones de pocas partes por millón (ppm) y tienen una vida media muy larga (entre 10^9 y 10^{11} años) por lo que el flujo de radiación es constante. De esta forma, la intensidad TL producida por una vasija, por ejemplo, es proporcional al tiempo que ha transcurrido desde la cocción de la muestra hasta el momento de tomar su lectura TL. La elevada temperatura que se alcanza en el proceso de cocción, permite borrar completamente la TL adquirida por los minerales durante tiempos geológicos; por lo que, a partir del cocido de la vasija, se considera el cronómetro en tiempo cero (Aitken 1985). La importancia del método de TL radica en el hecho de que la intensidad TL natural de la muestra, es proporcional a la dosis que ha recibido a través del tiempo.

El sitio arqueológico El Tigre, “se localiza al suroeste del Estado de Campeche, en el municipio de Candelaria, a $18^\circ 8'$ de Latitud norte y $90^\circ 50'$ Longitud Oeste” (Vargas y Teramoto 1996) (Mapa 1). El área que ocupa el sitio es de aproximadamente 600 Ha (Vargas 2006). El Tigre es el sitio más grande de toda la cuenca del río Candelaria. Arqueológicamente, se ha identificado como Itzamkanac, la capital o cabecera de la provincia maya chontal Acalan (Piña Chan y Abreu 1959, Ochoa y Vargas 1985). Hernán Cortés menciona Acalan y su ciudad capital, Itzamkanac, en su Quinta Carta de Relación, como una de las visitas que realizó durante el viaje hacia las Higueras en Honduras (Cortés 1983). Santa Clara, Se ubica en la margen izquierda del río Caribe, uno de los afluentes del río Candelaria, sus coordenadas geográficas son $18^\circ 08' 47''$ de latitud norte y $90^\circ 45' 15''$ de longitud oeste (Pincemin 1989).

Desarrollo experimental

La fuente utilizada para la irradiación de las muestras fue un emisor de radiación β de ^{90}Sr , Amersham, cuya actividad es de 3.7GBq (100 mCi), con

una rapidez de dosis de 184.7 Gy/h. Para el uso de esta fuente debe tomarse en cuenta que el espesor de las muestras no afecte en forma apreciable la trayectoria de la radiación, ya que al pasar a través de la materia, las partículas beta sufren una gran variedad de interacciones; pueden cambiar de trayectoria, pueden perder energía por la producción de electrones energéticos secundarios o por la producción de rayos X. En minerales para fechamiento por TL el grado de atenuación es similar al del aluminio. Para una muestra de grano fino, cuyo tamaño de grano es entre 4 y 11 μm , la atenuación es despreciable (Aitken 1985).



Mapa 1. Localización de El Tigre y Santa Clara.

Para la lectura tanto de las muestras no irradiadas, como irradiadas, se utilizó el equipo analizador TL 1100 AUTOMATED TL SYSTEM fabricado por Daybreak Nuclear and Medical System, Guilford, CT (Estados Unidos). Tanto el emisor de radiación β como este equipo, se encuentran en el Instituto de Geofísica, en la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM). Este equipo cuenta con un portamuestras tipo carrusel, con capacidad para 20 discos. Mientras que la lectura de los dosímetros TL que se usaron para la medición de la radiación ambiental, en el sitio arqueológico se realizó en el TLD System Mod. 4000, de Harshaw.

La toma de muestras se realizó durante los trabajos de campo, donde el doctor Ernesto Vargas del IIA-UNAM, fue el responsable. Las muestras colectadas se colocaron en bolsas de plástico negro, se envolvieron perfectamente en papel aluminio y se trasladaron al IIA-UNAM. Después de hacer una

selección de las muestras de interés para fechamiento, se enviaron al ININ para su estudio.

Para conocer la tasa de dosis anual a la que permanecieron las muestras, se determinó el contenido de K, U y Th. Mediante el análisis radioquímico (Choppin y Rydbert 1980), se determinó la actividad específica de acuerdo con las leyes de decaimiento radiactivo, posteriormente se determinó la tasa de dosis anual en función de la energía depositada en los diferentes minerales de cada muestra (Adamiec y Aitken 1998).

La determinación de K y de los diferentes elementos presentes en las muestras estudiadas, se llevó a cabo en el microscopio electrónico de barrido de la marca Phillips, modelo XL30 propiedad del ININ. Este microscopio cuenta con un filamento de tungsteno como fuente de electrones y está acoplado a una microsonda para el análisis químico elemental por el método de espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS). En teoría este sistema puede medir todos los elementos que se encuentran en concentraciones por arriba de las 100 partes por millón (ppm).

Otra parte de cada muestra se molió y se tamizó con tamaño de grano entre 60 y 80 μm , con la cual se determinó el contenido de U y Th. El método utilizado en este caso fue el de análisis por activación neutrónica (Travesi 1975, Hutton y Prescott 1992), usando el reactor TRIGA MARK III del ININ.

Por otro lado, para medir la contribución de radiación gamma, emitida por el suelo donde quedaron sepultadas las muestras, así como la contribución de la radiación cósmica, se colocaron dosímetros termoluminiscentes de LiF:Mg,Cu,P+PTFE desarrollados en el ININ. Los dosímetros permanecieron en exposición durante tres meses, al término del periodo se recogieron y se trasladaron al laboratorio para su lectura y evaluación.

Una vez que las muestras de cerámica fueron descortezadas, molidas y tamizadas, se pesaron 100 g de cada muestra de 125 μm y se colocaron en un vaso de teflón, agregándoles H_2O_2 al 10% hasta cubrir por completo cada muestra. Posteriormente se dejaron en reposo, aisladas completamente de la luz. Las muestras permanecieron en estas condiciones entre cinco y diez días. Después de este periodo de tiempo se les agregó H_2O_2 al 30%, y se lavaron varias veces con agua deionizada, dejando decantar durante dos horas en cada lavado. Este proceso de lavado se repitió tres veces para cada muestra. Finalmente cada una de las muestras se sometió a un baño ultrasónico con agua deionizada durante diez minutos.

La neutralización normal de carbonatos en las muestras tratadas mediante el proceso anterior, consiste en cubrirlas totalmente con HCl 6 N, se agitan por tres minutos en un baño ultrasónico, se sacan y se dejan reaccionar por diez minutos más. Al término de este tiempo de reacción, se verifica si el pH ya no sufre cambios, si es así, se decanta el ácido y se procede a lavar por tres veces con agua deionizada, finalmente se lavan las muestras en el baño ultrasónico. Las muestras ya limpias se secan en un horno eléctrico a una

temperatura por debajo de los 50° C durante toda la noche. Cuando la concentración de calcitas es elevado, el tiempo de reacción con el ácido puede ser hasta de horas, considerándose como proceso especial.

Obtención de grano fino, esta técnica consiste en separar granos con tamaño entre 4 y 11 μm . Este proceso se llevó a cabo mediante el uso de una columna de separación, utilizando acetona como solvente (González 1999). De esta forma se obtuvo la muestra útil con la cual se preparó una suspensión para depositar la cantidad deseada de muestra sobre los discos de aluminio usados como planchetas para calentar la muestra en cuestión.

Con la muestra útil se preparó una suspensión con acetona de 2 mg/ml. Posteriormente con una micropipeta especialmente calibrada, se agregó un mililitro de la suspensión a cada tubo que contenía el disco de aluminio. Finalmente la gradilla que contenía todos los tubos con muestra, se aisló completamente de la luz, donde permaneció hasta que el resto de acetona se evaporó completamente. De esta forma, la muestra arqueológica quedó homogéneamente adherida en toda la superficie de los discos de aluminio. Se prepararon por lo menos 60 discos útiles de cada muestra para el análisis de la señal TL.

Para el análisis de la señal TL, se tomaron entre 16 y 20 lecturas de las muestras sin irradiar para conocer la intensidad TL natural (TLN). Se tomó una segunda lectura para restarla de la primera y así obtener la TL neta. Estos discos con muestra, se guardaron perfectamente ya que con ellos se llevó a cabo la prueba de regeneración de la señal TL, para determinar el factor de corrección por supralinealidad (I).

Para realizar la prueba de la meseta, se realiza la comparación de la forma de la curva TL natural (la curva TL observada de una muestra que no ha recibido ninguna irradiación artificial en el laboratorio), con la curva TL artificial, observada como resultado de la irradiación de la muestra a una dosis conocida. La región continua indica claramente que las trampas son lo suficientemente profundas como para permanecer inalteradas a lo largo del tiempo. De tal manera que, la razón constante entre la curva TL natural y la artificial, da una indicación de que en este intervalo de la meseta, ha habido una liberación despreciable de electrones desde el momento en que quedó sepultada la muestra hasta el momento de tomar las lecturas TL.

En la irradiación de las muestras se usó el método de incremento de la dosis; para lo cual se tomaron 16 discos con la muestra sin leer y se hicieron grupos de cuatro, para ser irradiados a diferentes dosis de radiación beta (1β , 2β , 3β , etc.) y obtener la curva de calibración a partir de la cual se determinó la dosis equivalente (Q).

Método de regeneración de la señal TL; se tomaron 16 discos de los que se les había tomado la TLN y se irradian a las mismas dosis de la prueba anterior, para regenerar su señal TL. Al graficar dosis contra la intensidad TL, se obtuvo la curva de calibración donde se determinó el factor de corrección por supralinealidad (I).

En cada estudio se irradiaron por lo menos cuatro discos con muestra para cada dosis, el intervalo de irradiación fue entre 2 y 30 Gy de radiación beta de ^{90}Sr . Una vez realizados los estudios anteriores, se determinó la paleodosis (P), que es la suma de la dosis equivalente (Q) más el factor de corrección por supralinealidad (I). Conociendo la tasa de dosis anual y la paleodosis se determinó la edad de cada muestra de acuerdo con la ecuación (1).

$$\text{Edad} = \frac{\text{Paleodosis } (Q + I) \text{ (Gy)}}{\text{Rapidez de Dosis Anual } (\text{Gy} / \text{y})} \quad (1)$$

Considerando todas las fuentes de error, en las diferentes mediciones, se determinó la incertidumbre total en la edad estimada. También se consideró la influencia de la humedad en la determinación de la tasa de dosis anual (González, Azorín, Schaaf y Ramírez 1999).

Resultados

Se estudiaron ocho muestras del sitio El Tigre y doce muestras del sitio Santa Clara. Sin embargo, solamente la muestra del Tigre clasificada como TA2, fue apropiada para su fechamiento, en el caso de las muestras de Santa Clara solamente las muestras clasificadas como SC6, SC31 y SC36, fueron buenas candidatas a fechar. El resto de las muestras no se pudieron fechar, debido principalmente a la baja concentración de cuarzos, que son los minerales con propiedades óptimas para la captura de electrones liberados por la radiación en las muestras. Por otro lado, dichas muestras presentaron una elevada concentración de calcita, que resulta ser un mal transmisor de la luz.

La Figura 1, muestra el espectro de emisión obtenidos mediante la técnica microscópica de barrido, para la muestra de El Tigre etiquetada como TB2B, donde se indica la energía característica de la banda K de cada elemento (abscisas), así como su intensidad (ordenadas). En las Tablas 1 y 2, se resumen las concentraciones en peso y su desviación porcentual de los elementos identificados en suelo y muestras de cerámica de El Tigre y Santa Clara, respectivamente, donde el elemento de interés es el K. En la Figura 1, se puede apreciar una baja concentración de cuarzos (línea en 26.5) y una elevada concentración de calcita (línea en 29.5), por lo tanto esta muestra no es apropiada para fechar.

La Figura 2, corresponde a la muestra de El Tigre, etiquetada como TA2, se puede apreciar una elevada concentración de calcita (línea en 29.5), la concentración de cuarzos es buena (línea en 26.5), con un tratamiento apropiado para neutralizar a la calcita, es posible medir la intensidad TL emitida por los cuarzos y por lo tanto es factible su fechamiento.

Tabla 1
Concentración de elementos identificados mediante la técnica microscópica de barrido (% en peso), en El Tigre

<i>Elemento</i>	<i>Suelo-ElTigre</i>	<i>TA2</i>	<i>TB2b</i>
C	13.82 ± 1.49	20.47 ± 0.62	15.28 ± 1.02
O	47.66 ± 0.65	48.52 ± 0.40	46.75 ± 0.28
Mg	0.75 ± 0.10	0.11 ± 0.07	0.13 ± 0.02
Al	2.05 ± 0.26	9.08 ± 0.40	5.86 ± 0.44
Si	5.64 ± 0.65	13.07 ± 0.15	9.67 ± 0.70
Cl		0.09 ± 0.01	0.06 ± 0.02
K		0.25 ± 0.02	0.11 ± 0.02
Ca	29.06 ± 1.41	4.06 ± 1.03	19.89 ± 1.53
Ti		0.43 ± 0.17	0.45 ± 0.03
Fe	0.98 ± 0.16	3.82 ± 0.04	2.27 ± 0.23

Tabla 2
Concentración de elementos identificados mediante la técnica microscópica de barrido (% en peso), en Santa Clara

<i>Elemento</i>	<i>Suelo-S. Clara</i>	<i>SC6</i>	<i>SC31</i>	<i>SC36</i>
C	11.45 ± 1.23	11.07 ± 0.34	25.29 ± 2.18	13.55 ± 1.11
O	37.98 ± 0.78	44.49 ± 0.24	41.45 ± 2.43	46.51 ± 0.59
Na			0.15 ± 0.04	
Mg	0.40 ± 0.07	0.09 ± 0.03	2.11 ± 0.38	0.07 ± 0.01
Al	4.88 ± 0.78	12.44 ± 0.26	6.32 ± 0.69	10.82 ± 0.39
Si	11.05 ± 1.34	21.58 ± 0.42	11.84 ± 1.61	16.19 ± 0.83
Cl				0.11 ± 0.04
K		0.09 ± 0.03	0.62 ± 0.24	0.08 ± 0.03
Ca	29.67 ± 1.69	3.89 ± 0.44	6.04 ± 4.06	8.31 ± 0.44
Ti	0.35 ± 0.04	0.79 ± 0.09	0.44 ± 0.11	0.83 ± 0.03
Fe	4.22 ± 0.88	6.35 ± 0.27	5.86 ± 1.59	4.40 ± 0.17

La Figura 3, corresponde a la muestra de Santa Clara, etiquetada como SC6, en este caso la concentración de cuarzos es mayor (línea en 26.5) que la concentración de calcita (línea en 29.5), por lo tanto con un buen tratamiento para la neutralización de la calcita, también es factible su fechamiento.

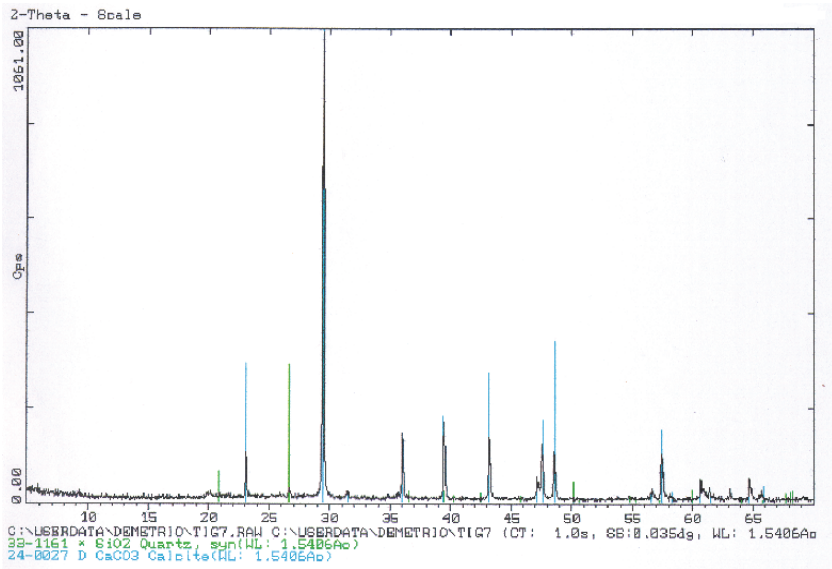


Figura 1. Elementos identificados en la muestra TB2B (TIG7), mediante microscopía de barrido. La línea verde en 25.5 indica la baja concentración de cuarzos, la línea azul en 29.4 indica la elevada concentración de calcita.

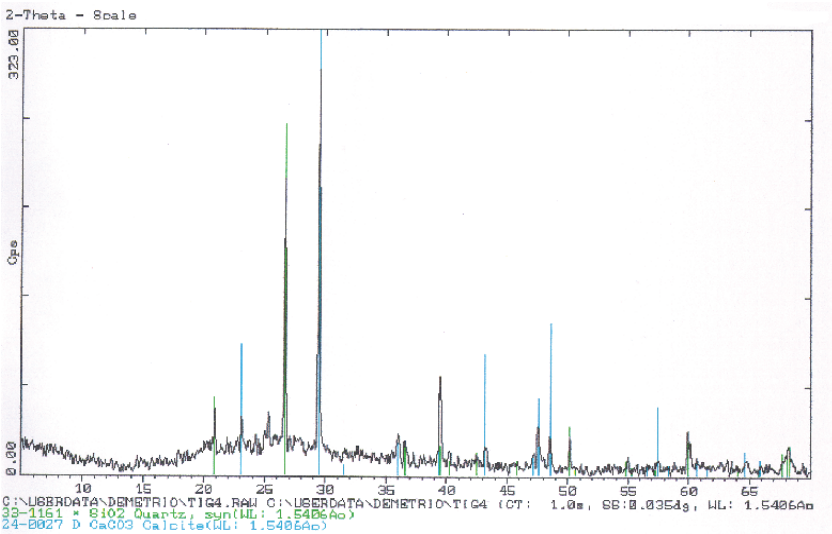


Figura 2. Elementos identificados en la muestra TA2, mediante la técnica microscópica de barrido.

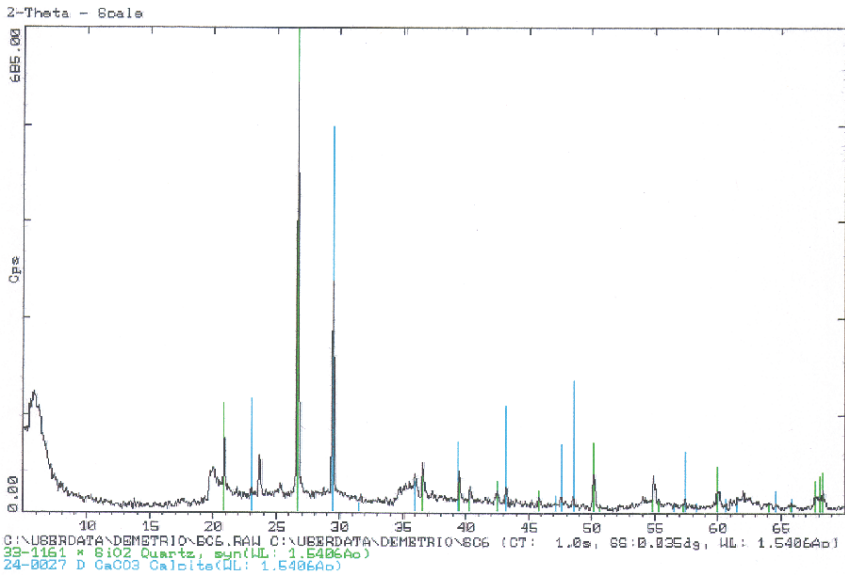


Figura 3. Elementos identificados en la muestra SC6, mediante la técnica microscópica de barrido.

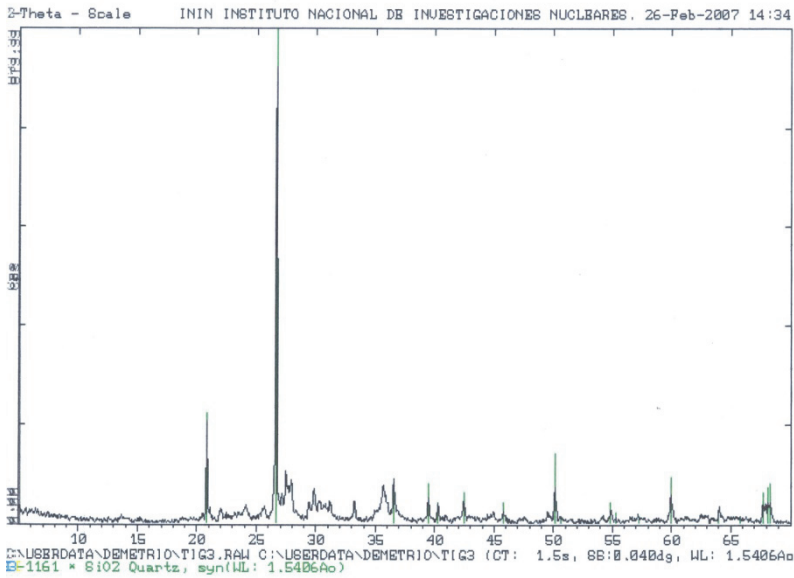


Figura 4. Elementos identificados en la muestra SC31, mediante la técnica microscópica de barrido.

La Figura 4, corresponde a la muestra de Santa Clara, etiquetada como SC31, en este caso solamente hay cuarzos (línea en 26.5), por lo tanto es apropiada para fechamiento.

La Figura 5, corresponde a la muestra de Santa Clara, etiquetada como SC36, en este caso la concentración de cuarzos (línea en 26.5) y la concentración de calcita (línea en 29.5), son similares, pero con un buen tratamiento para la neutralización de la calcita, también es factible su fechamiento.

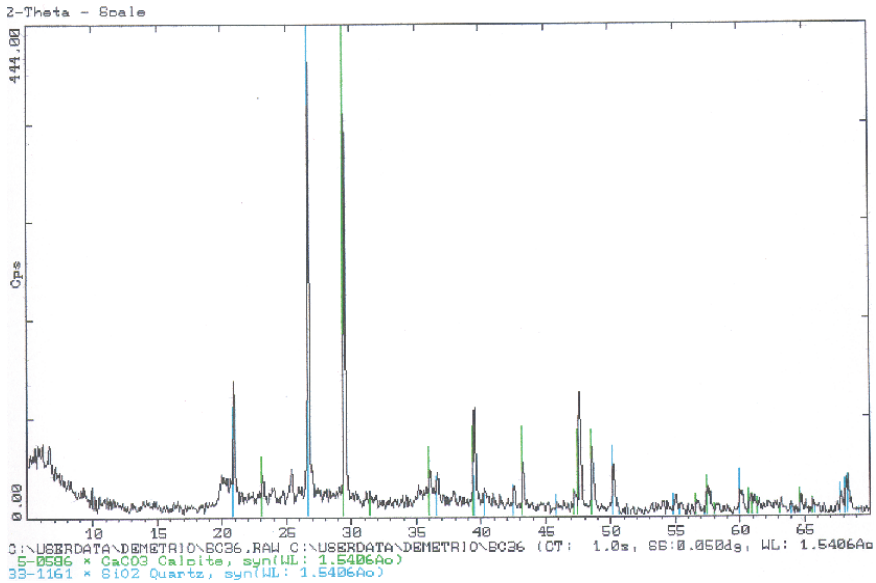


Figura 5. Elementos identificados en la muestra SC36, mediante la técnica microscópica de barrido.

En la Tabla 1, se dan los valores de cada elemento identificado mediante la técnica microscópica de barrido, donde el elemento de interés es el potasio (⁴⁰K).

En la Tabla 3, se resumen los resultados obtenidos de la determinación de los diferentes radioisótopos que contribuyen en la tasa de dosis anual de cada muestra, así como la dosis anual ya corregida por el efecto de humedad. La dosis natural promedio, proveniente del suelo y de la contribución de la radiación cósmica que se midió en el sitio El Tigre y Santa Clara, con dosímetros termoluminiscentes fue 0.37 ± 0.01 y 0.20 ± 0.005 mGy/a, respectivamente.

Tabla 3
Contenido de elementos radiactivos, humedad y tasa de dosis anual

Muestra	<i>K</i> (%)	<i>U</i> (ppm)	<i>Th</i> (ppm)	% humedad	DA (mGy/a)
TA2	0.25 ± 0.02	2.30 ± 0.30	20.70 ± 0.71	14.07	2.88 ± 0.12
SC6	0.09 ± 0.03	2.35 ± 0.20	22.53 ± 0.70	31.51	2.67 ± 0.09
SC31	0.94 ± 0.11	2.68 ± 0.10	12.43 ± 0.25	34.27	2.50 ± 0.09
SC36	0.08 ± 0.03	2.40 ± 0.17	22.36 ± 0.34	13.58	3.16 ± 0.07

En la Figura 6, se presenta gráficamente la intensidad TL natural (TLN) de la muestra TA2, donde se aprecia claramente el pico principal a 330° C. Mientras que en la Figura 7, se muestra gráficamente la meseta obtenida al comparar la TLN con la intensidad TL natural más la generada por una dosis de radiación artificial (TLA). En dicha figura, se observa que el factor se incrementa desde 260° C y forma la meseta entre 360 y 400° C, en dicho intervalo de temperatura se podrán hacer los cálculos correspondientes para la estimación de la paleodosis y posteriormente la edad de la muestra en cuestión. En la figura 8, se presenta gráficamente la intensidad TL de esta muestra en función de la dosis de radiación beta de ⁹⁰Sr, donde 1β= 3 Gy, 2β= 6 Gy, 3β= 9 Gy, 4β= 12 Gy. Mientras que en la Figura 9, se presenta la curva de calibración correspondiente, en la cual se grafica dosis-vs-intensidad TL donde por extrapolación se determina la dosis equivalente, Q (Gy). En la Figura 10, se presenta la intensidad TL regenerada en las muestras leídas previamente e irradiada a las mismas dosis de la prueba anterior, mientras que en la Figura 11, se presenta la curva de calibración correspondiente, como en el caso anterior, se grafica dosis-vs-intensidad TL, en esta curva de calibración se estimó el factor de corrección por supralinealidad, I (Gy).

En la Figura 12, se presenta gráficamente la intensidad TL natural (TLN) de la muestra SC6, donde se aprecia claramente el pico principal a 325° C. Mientras que en la Figura 13, se muestra gráficamente la meseta obtenida al comparar la TLN con la intensidad TL natural más la generada por una dosis de radiación artificial (TLA). En dicha figura, se observa que el factor se incrementa desde 225° C y forma la meseta entre 290 y 310° C, en dicho intervalo de temperatura se podrán hacer los cálculos correspondientes para la estimación de la paleodosis y posteriormente la edad de la muestra en cuestión. En la Figura 14, se presenta gráficamente la intensidad TL de esta muestra en función de la dosis de radiación beta de ⁹⁰Sr, donde 1β= 3 Gy, 2β= 6 Gy, 3β= 9 Gy, 4β= 12 Gy. Mientras que en la Figura 15 se presenta la curva de calibración correspondiente, en la cual se grafica dosis vs intensidad TL donde por extrapolación se determina la dosis equivalente, Q (Gy). En la Figura 16, se presenta la intensidad TL regenerada en las mues-

tras leídas previamente, mientras que en la Figura 17, se presenta la curva de calibración correspondiente, como en el caso anterior, se grafica dosis vs. intensidad TL, en dicha curva se estimó el factor de corrección por supralinealidad, I (Gy).

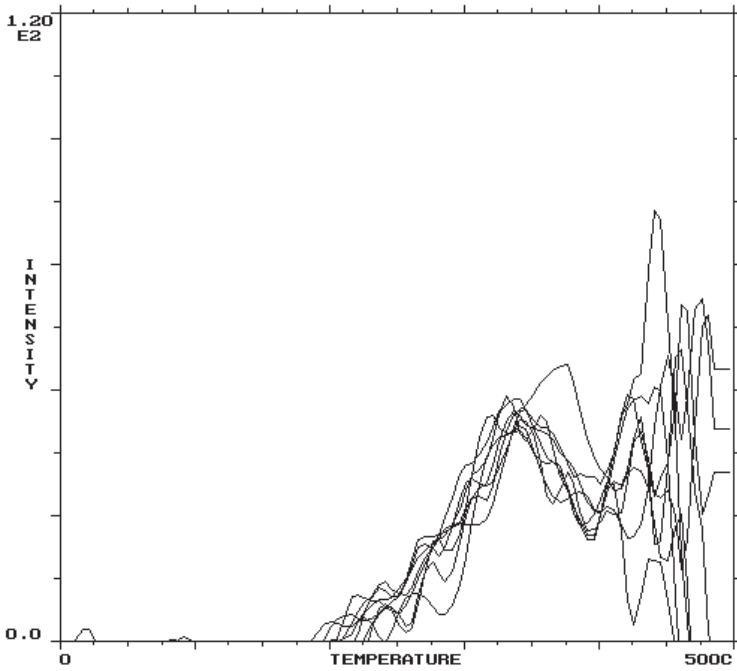


Figura 6. Intensidad TL natural (TLN) de la muestra TA2.

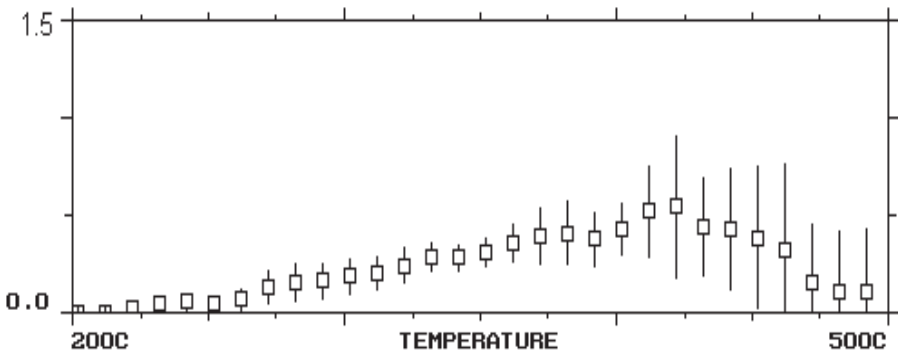


Figura 7. Meseta de la muestra TA2.

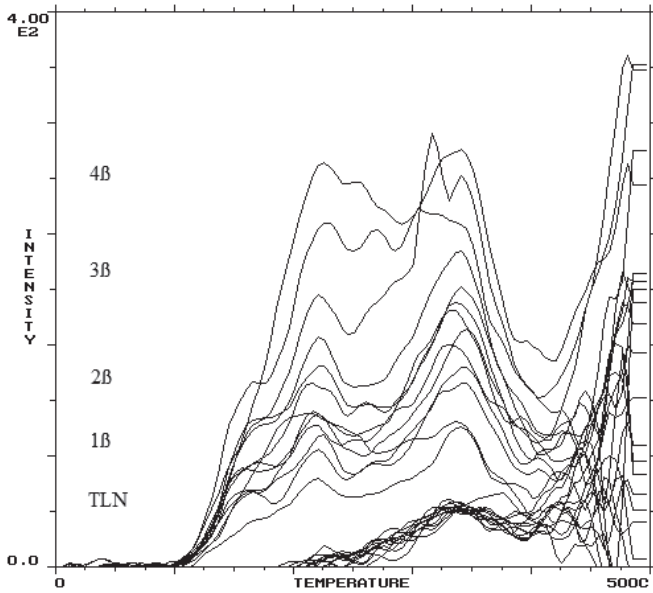


Figura 8. Intensidad TL de TA2 en función de la dosis de radiación beta de ^{90}Sr .

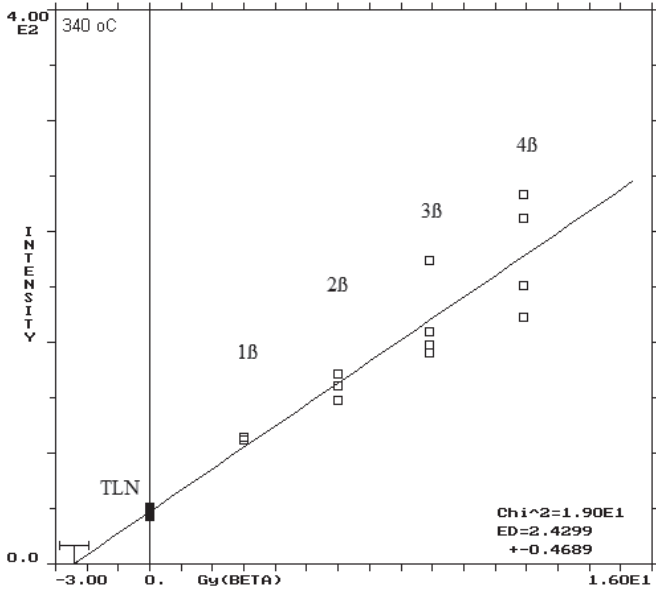


Figura 9. Curva de calibración de TA2 para determinar la dosis equivalente (Q).

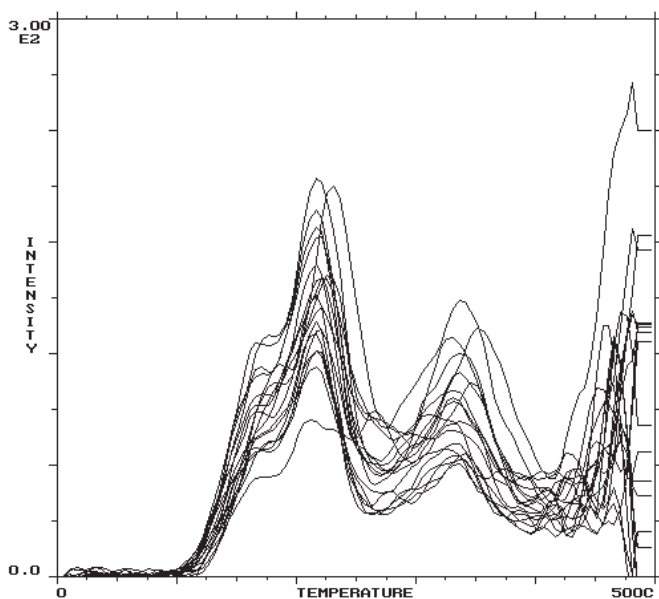


Figura 10. Regeneración de la señal TL de la muestra TA2.

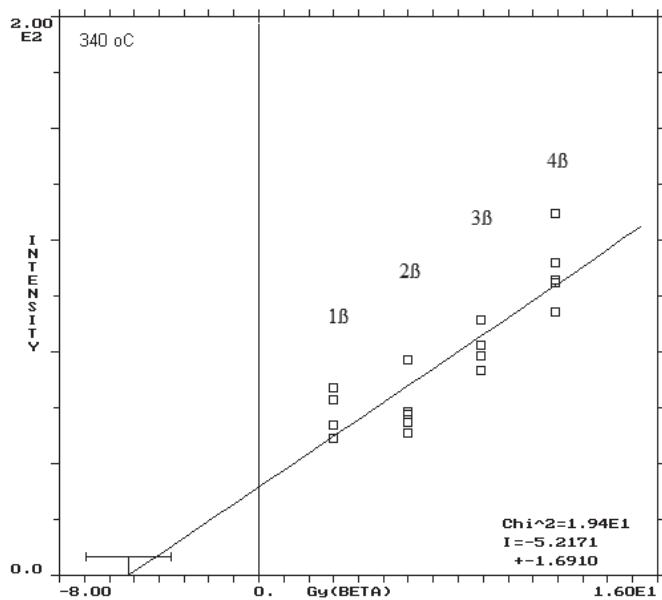


Figura 11. Curva de calibración obtenida al regenerar la señal TL en la muestra TA2.

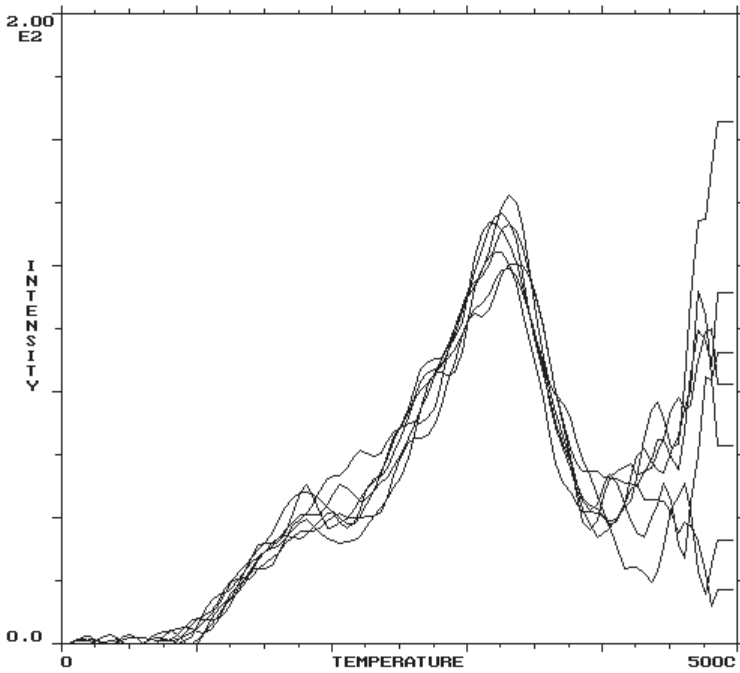


Figura 12. Intensidad TL natural (TLN) de la muestra SC6.

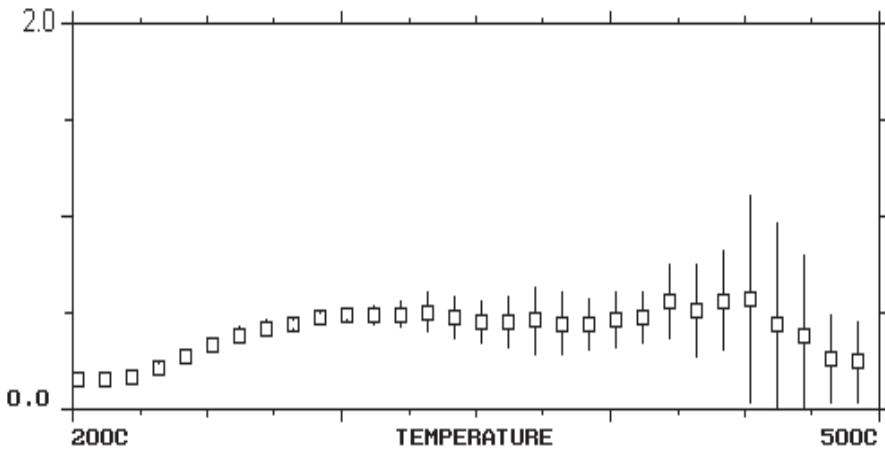


Figura 13. Meseta de la muestra SC6

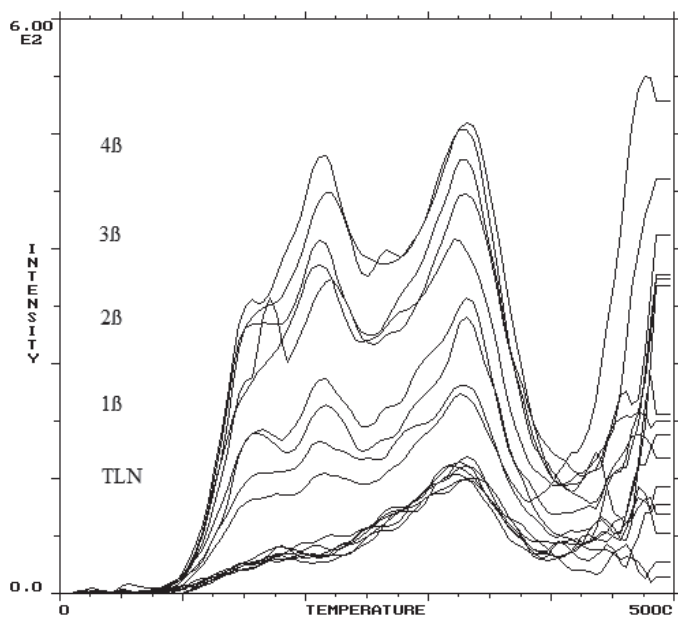


Figura 14. Intensidad TL de SC6 en función de la dosis de radiación beta de ⁹⁰Sr

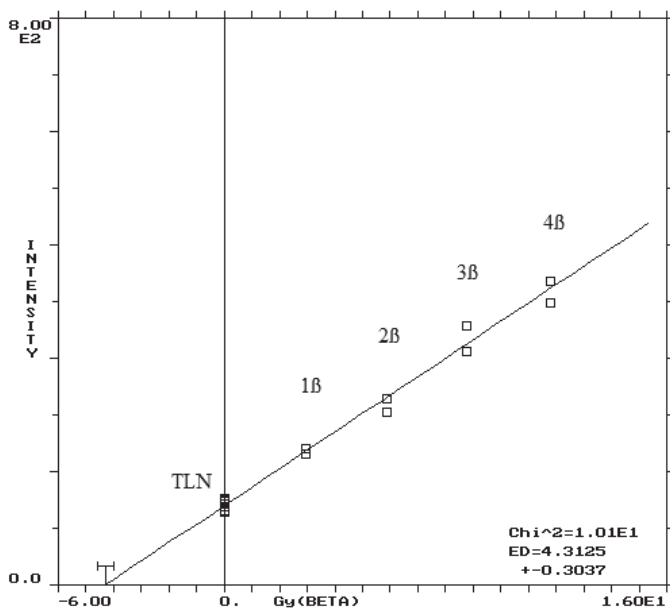


Figura 15. Curva de calibración de SC6 para determinar la dosis equivalente (Q)

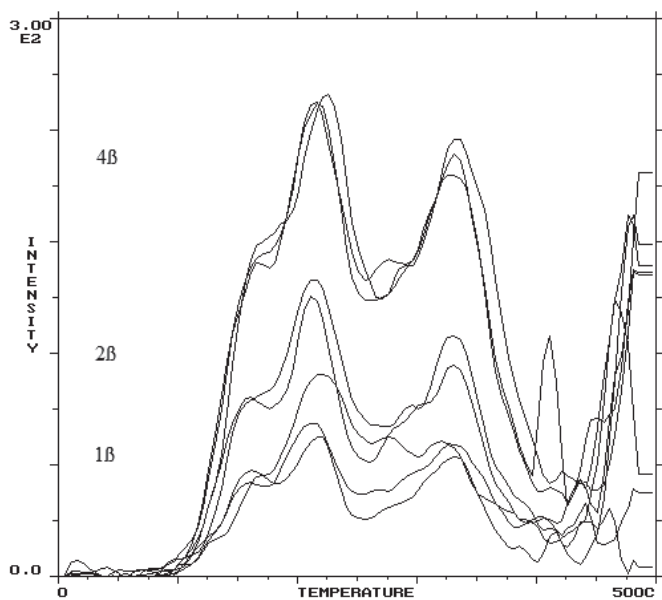


Figura 16. Regeneración de la señal TL de la muestra SC6.

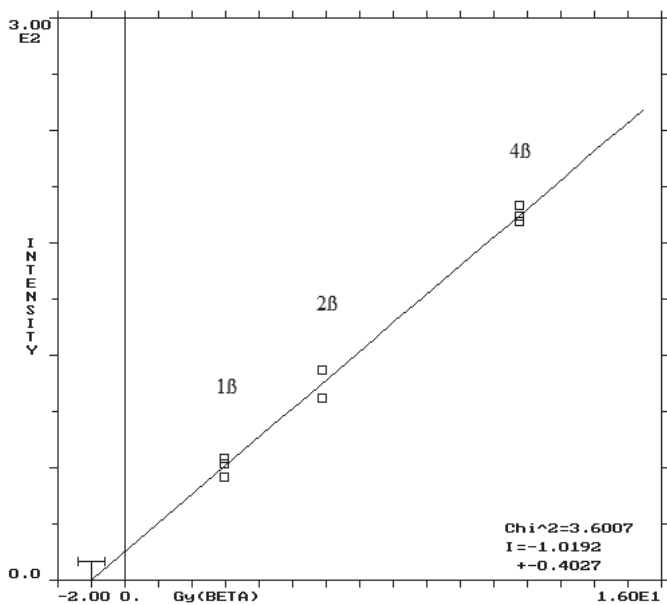


Figura 17. Curva de calibración obtenida al regenerar la señal TL en la muestra SC6.

En la Figura 18, se presenta gráficamente la intensidad TL natural (TLN) de la muestra SC31, donde se aprecian dos picos, el primero en 275° C y el segundo en 400° C. En casos como este, la prueba de la meseta nos define con que pico conviene hacer los cálculos de la edad. En la Figura 19, se muestra gráficamente la meseta obtenida al comparar la TLN con la intensidad TL natural más la generada por una dosis de radiación artificial (TLA). En dicha figura, se observa que el factor se incrementa desde 200° C y forma la meseta entre 275 y 325° C, en dicho intervalo de temperatura se podrán hacer los cálculos correspondientes para la estimación de la paleodosis y posteriormente la edad de la muestra en cuestión, por lo tanto el pico de interés para el fechamiento es el pico que se presenta a 275° C. En la Figura 20, se presenta gráficamente la intensidad TL de esta muestra en función de la dosis de radiación beta de ⁹⁰Sr, donde 1β= 2.5 Gy, 2β= 5.0 Gy, 3β= 7.5 Gy, 4β= 10.0 Gy. Mientras que en la Figura 21 se presenta la curva de calibración correspondiente, en la cual se grafica dosis vs. intensidad TL donde por extrapolación se determina la dosis equivalente, Q (Gy). En la Figura 22, se presenta la intensidad TL regenerada en las muestras leídas previamente e irradiada a las mismas dosis de la prueba anterior, mientras que en la Figura 23, se presenta la curva de calibración correspondiente, como en el caso anterior, se grafica dosis vs. intensidad TL, en dicha curva se estimó el factor de corrección por supralinealidad, I (Gy).

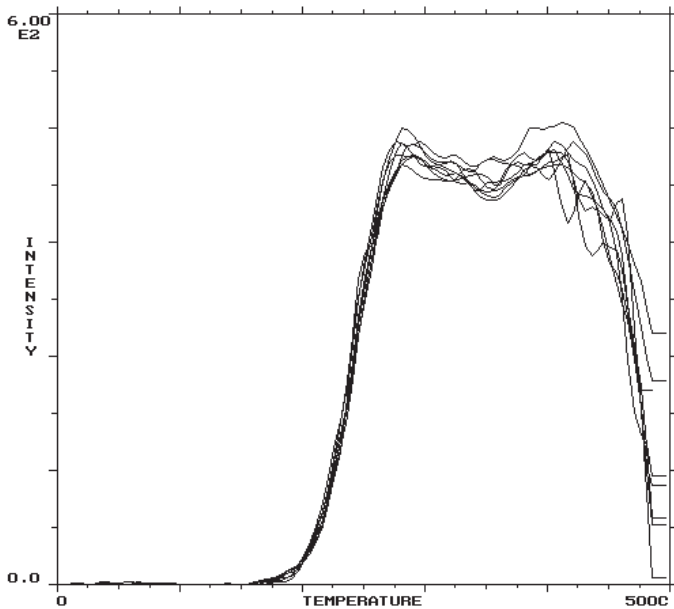


Figura 18. Intensidad TL natural (TLN) de la muestra SC31.

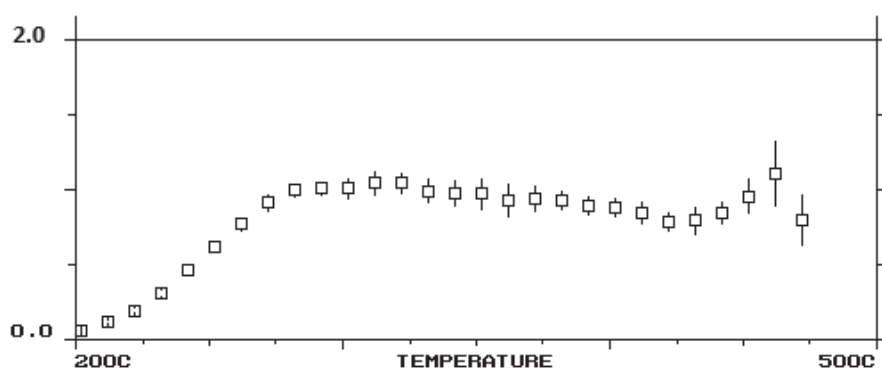


Figura 19. Meseta de la muestra SC31.

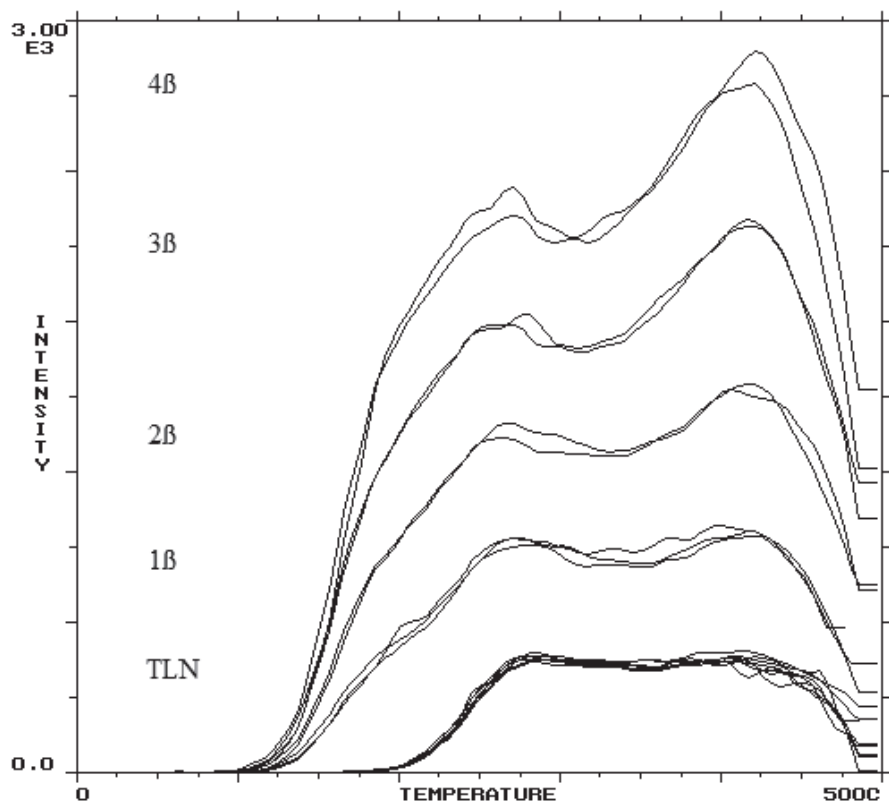


Figura 20. Intensidad TL de SC31 en función de la dosis de radiación beta de ^{90}Sr .

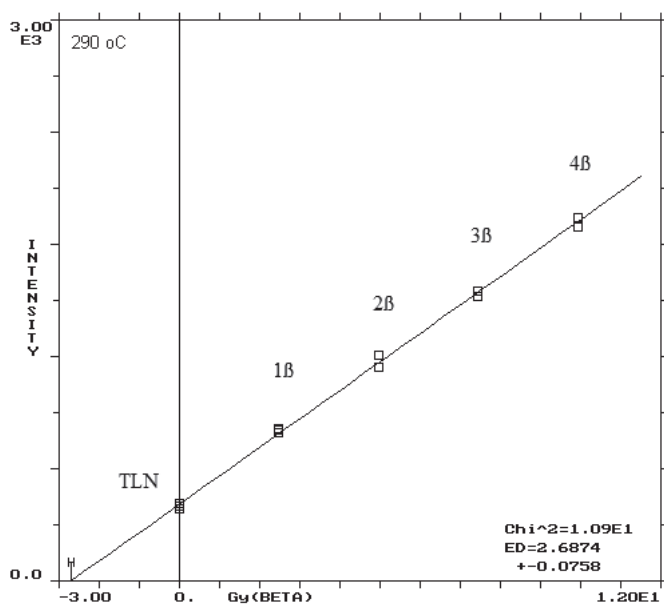


Figura 21. Curva de calibración de SC31 para determinar la dosis equivalente (Q).

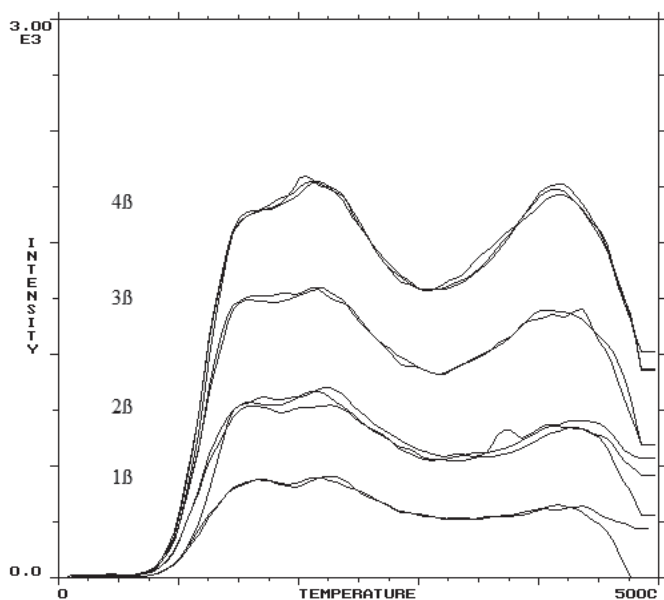


Figura 22. Regeneración de la señal TL de la muestra SC31.

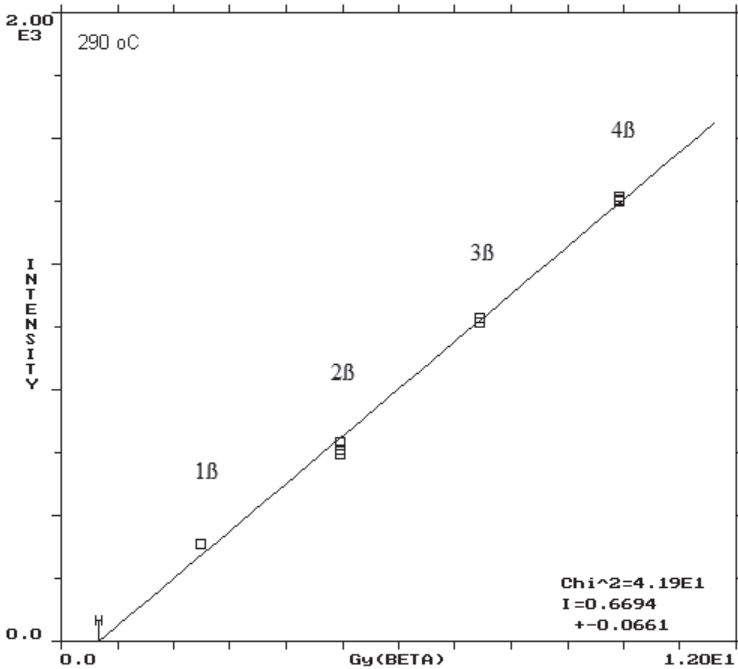


Figura 23. Curva de calibración obtenida al regenerar la señal TL en la muestra SC31.

En la Figura 24, se presenta gráficamente la intensidad TL natural (TLN) de la muestra SC36, donde se aprecia claramente el pico principal a 330° C. Mientras que en la Figura 25, se muestra gráficamente la comparación entre la TLN con la intensidad TL natural más la generada por una dosis de radiación artificial (TLA). En dicha figura se observa que el factor se incrementa desde 200° C, C y forma la meseta entre 300 y 330° C, en dicho intervalo de temperatura se podrán hacer los cálculos correspondientes para la estimación de la paleodosis y posteriormente la edad de la muestra en cuestión. En la Figura 26, se presenta gráficamente la intensidad TL de esta muestra en función de la dosis de radiación beta de ⁹⁰Sr, donde 1β= 3 Gy, 2β= 6 Gy, 3β= 9 Gy, 4β= 12 Gy. Mientras que en la Figura 27 se presenta la curva de calibración correspondiente, como en el caso anterior, se grafica dosis vs. intensidad TL, en dicha curva se determinó la dosis equivalente, Q(Gy). En la Figura 28, se presenta la intensidad TL regenerada en las muestras leídas previamente e irradiada a las mismas dosis de la prueba anterior, mientras que en la Figura 29 se presenta la curva de calibración correspondiente, como en el caso anterior se grafica dosis vs. intensidad TL, en la que se estimó el factor de corrección por supralinealidad I (Gy).

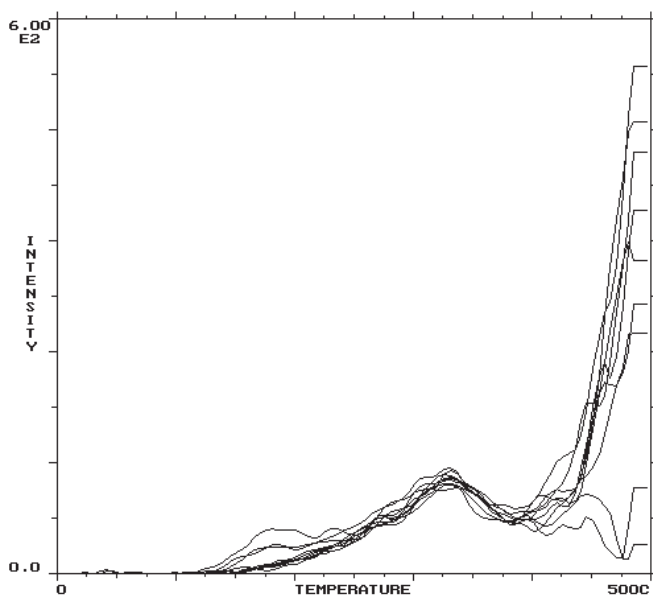


Figura 24. Intensidad TL natural (TLN) de la muestra SC36.

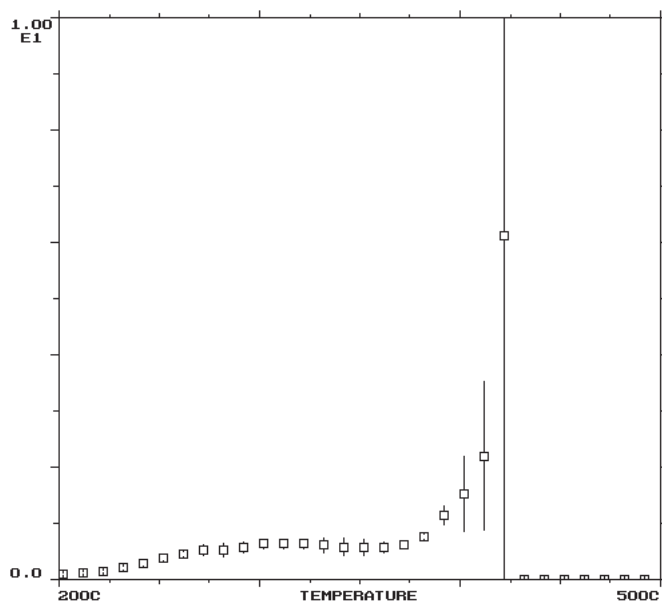


Figura 25. Meseta de la muestra SC36.

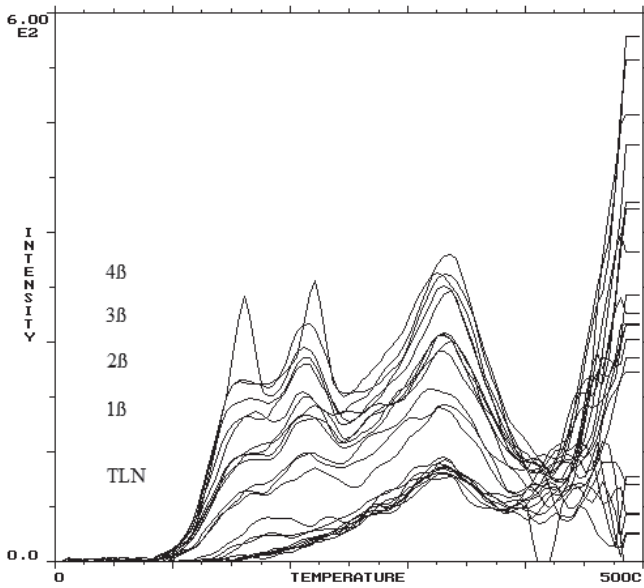


Figura 26. Intensidad TL de SC36 en función de la dosis de radiación beta de ^{90}Sr .

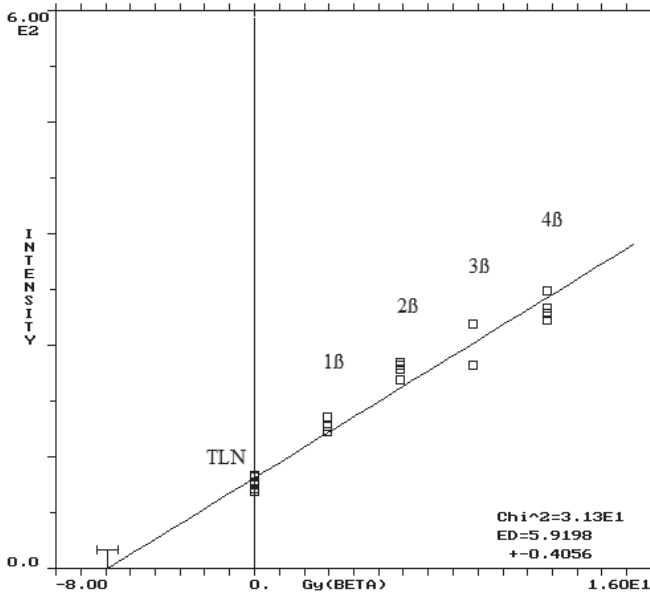


Figura 27. Curva de calibración de SC36 para determinar la dosis equivalente (Q).

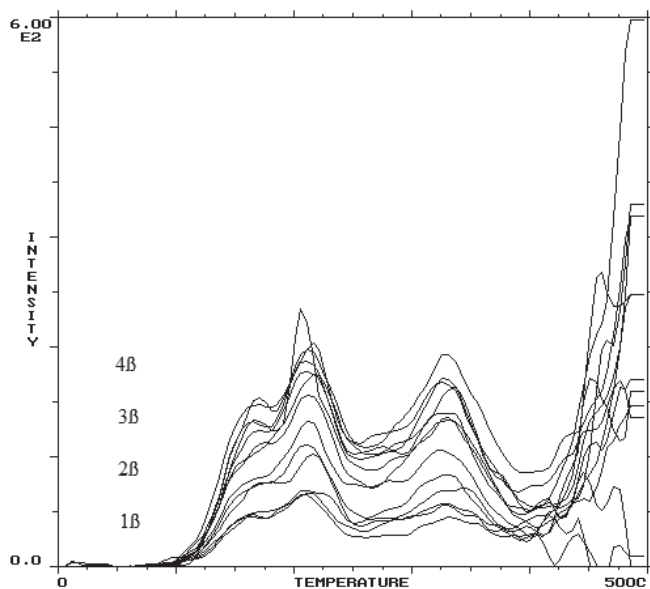


Figura 28. Regeneración de la señal TL de la muestra SC36.

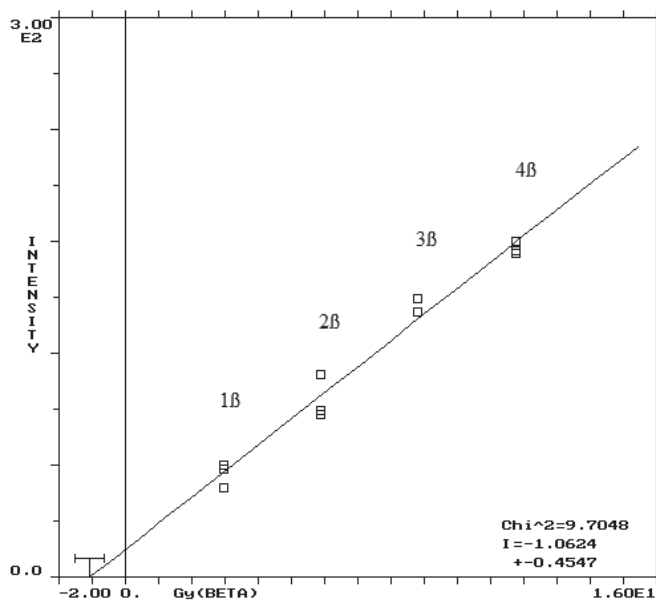


Figura 29. Curva de calibración obtenida al regenerar la señal TL en la muestra SC36.

En la Tabla 4, se resumen los valores promedio y su desviación estándar de la dosis equivalente, Q, el factor de corrección por supralinealidad, I, la paleodosis, P, y la edad de cada muestra estudiada.

Tabla 4
Valores promedio de Q, I, P (Gy) y la edad resultante en años

<i>Muestra</i>	<i>Q (Gy)</i>	<i>I (Gy)</i>	<i>P (Gy)</i>	<i>Edad (a)</i>
TA2	2.46 ± 0.33	2.23 ± 1.05	4.70 ± 0.48	1621 ± 178
SC6	4.30 ± 0.02	0.93 ± 0.09	5.24 ± 0.10	1962 ± 76
SC31	2.65 ± 0.03	0.68 ± 0.07	3.32 ± 0.10	1327 ± 62
SC36	5.85 ± 0.13	1.11 ± 0.08	6.00 ± 0.07	1899 ± 47

Análisis de los resultados

Mediante la técnica microscópica de barrido, se apreció que los elementos más abundantes fueron O, y C, en las muestras de cerámica estudiadas, lo que indica la alta concentración de calcita. Mientras que la baja concentración de Si, indica la baja presencia de cuarzos. Por otro lado, la baja concentración de K, confirma la baja intensidad TL de las muestras etiquetadas como SC6 y SC36, ya que dicho elemento es el que contribuye en mayor proporción en la tasa de dosis anual. La muestra que tuvo mayor concentración de K, fue la etiquetada como SC31, por lo tanto fue la que presentó mayor intensidad TL, como se muestra en la Figura 20, facilitándose todos los estudios para su fechamiento. Se comprobó también que el suelo de El Tigre y Santa Clara, no contiene K, deduciendo entonces que la cerámica encontrada en dichos lugares no fue fabricada con material del lugar.

Por otro lado, mediante la técnica de análisis por activación neutrónica, se apreció que la muestra con menor contenido de U fue la TA2, la de mayor contenido de este elemento fue la SC31. Mientras que la muestra con mayor contenido de Th fue la SC6 y la de menor contenido de este elemento fue la SC31.

Cabe señalar que la importancia en la determinación de los elementos antes mencionados, se debe a que estos son los elementos que contribuyen principalmente en la tasa de dosis anual, que reciben las muestras durante los años de entierro. La contribución de la radiación cósmica que recibieron las muestras estudiadas se midió eficientemente con dosímetros TL desarrollados por nuestro grupo.

Del análisis de la señal TL, las cuatro muestras estudiadas mostraron una curva TL parecida, variando únicamente en su intensidad. Mostraron dos picos, el primero a 225° C y el segundo a 325° C.

Se pudo realizar la datación de las muestras etiquetadas como TA2, SC6, SC31 y SC36. Con las edades absolutas mostradas en la Tabla 4, se determinaron los periodos a los que corresponden y se encontró que estos concuerdan con los reportados en la literatura (Vargas y Delgado 2010), tal como se resumen en la Tabla 5.

Tabla 5
Periodos estimados por TL

Muestra	Periodo estimado por TL	Periodo de referencia
TA2	209-565 dC	300 aC- 300 dC
SC6	30 aC-122 dC	300 aC-300 dC
SC31	619-743 dC	600 - 1050 d.C
SC36	62-156 dC	600 - 1050 d.C

La muestra TA2 proviene de El Tigre de la Plataforma 4 H de un pozo que se hizo en el interior y es de la capa VII, fue fechada para el Preclásico tardío y es del tipo Sierra rojo-Sierra. Las siguientes tres muestras provienen del sitio de San Clara; la SC6 es del pozo 1 capa V, es del Preclásico tardío y es del tipo Muxanal rojo sobre crema-Muxanal. La muestra SC31 proviene del pozo 8 capa III está fechado tentativamente para el Clásico terminal y es del tipo Altar-Altar. Por último tenemos la muestra SC36 que proviene del pozo 9 de la capa II y también fue fechada para el Clásico terminal y es del tipo Ticul Pizarra delgado.

Conclusiones

El método de fechamiento por termoluminiscencia es una opción importante en la arqueología para el fechamiento de cerámicas. Sin embargo, para que el método sea confiable, las muestras deben ser tratadas siguiendo la metodología descrita en este trabajo. Cuando el muestreo y la preparación de las muestras ha sido el adecuado, la información respecto del tiempo transcurrido desde que la muestra quedó sepultada se vuelve confiable, como se ha demostrado en este trabajo y en otros ya publicados (González, Azorín, Schaaf, Ramírez 1999; González, Chung, Azorín, Sachaaf y Ramírez 1998; González, Ramírez *et al.* 2004). La eficiencia sobre el método de fechamiento por termoluminiscencia ha generado tal confianza que incluso ha sido propuesto como un método de validación de piezas antiguas de cerámica.

En el caso de El Tigre podemos ver claramente que la muestra había sido fechada para el Preclásico tardío y la fecha estimada por TL concuerda. Lo mismo sucede con las fechas estimadas para los tres ejemplos de Santa Clara, la primera es para el Preclásico tardío y concuerda plenamente, lo

mismo que la siguiente muestra que es del Clásico terminal, habiendo solamente una diferencia con la última muestra, que por el fechamiento estimado por TL es bastante más temprano que el estimado. Es interesante señalar esta diferencia, por lo que será necesario hacer una revisión del comportamiento de los tipos pizarra en la estratigrafía del sitio.

El objetivo central de la TL aplicado en arqueología es el fechamiento de la cerámica, sin embargo es importante señalar que además aporta la caracterización mineral y elemental de las muestras y de los suelos de los sitios en donde fueron recolectados. Nos dan elementos para definir si las muestras son de producción local o foránea. En el caso de los tipos Sierra rojo, variedad Sierra (Figura 30), Muxanal rojo sobre crema, variedad Muxanal, Altar, variedad Altar y Ticul pizarra delgado son tipos de producción foránea a los sitios estudiados, lo cual nos permite hacer inferencias de rutas de comunicación y/o comercio.



Figura 30. Sierra Rojo, variedad Sierra (El Tigre).

Agradecimientos

Agradecemos al Fis. A. Aguilar, de la Comisión Nacional de Seguridad Nuclear y Salvaguardias (CNSNS), por la irradiación de los dosímetros TL para la

elaboración de las curvas de calibración. A los laboratorios de Microcopía y Análisis por Activación Neutrónica del ININ. Al Instituto de Investigaciones Antropológicas, UNAM, por su apoyo con reactivos químicos para el tratamiento de muestras.

Bibliografía

- Adamiec G., Aitken M.
1998 *Ancient TL* 16(2):37-50.
- Aitken, M.J.
1985. *Dating*, London Academic Press.
- Cortés, Hernán
1983. *Cartas de relación*, Porrúa, Sepan Cuantos 7, México.
- Choppin, R. and Rydberg J.
1980. *Nuclear Chemistry. Theory and Applications*. Pergamon Press.
- González Martínez, Pedro Ramón
1999. *Fechamiento geológico y arqueológico por termoluminiscencia*, tesis doctoral, Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, México.
- González, P., Azorín J., Schaaf P., Ramírez A.
1999 *Assessing the Potential of Thermoluminescence Dating of Pre-Conquest Ceramics From Calixtlahuaca, Mexico*. *Rad. Prot. Dosim.* 84(1-4):483-487.
- González, P.; Chung H., Azorín J., Schaaf P. and Ramírez A.
1998 *Thermoluminescence Dating of A Pottery Sample from Edzná-Campeche, Mexico*, *Nucl. Sci. J.*, 35(4):280-284.
- González, Pedro; A. Ramírez; P. Schaaf, D. Mendoza C. López M.A. Mondragón and P. Aguirre.
2004 *Thermoluminescence Dating of Ceramics from Teotenango-Mexico*, *J. Amer. Arch.*, 21:215-225.
- Hutton, J.L. and Prescott J.R.
1992 "Field and Laboratory Measurement of Low-Level Thorium, Uranium and Potassium", *Nucl. Tracks Radiat. Meas*, 20(2):367-370.
- Ochoa, Lorenzo y Ernesto Vargas
1985. "Informe de reconocimiento arqueológico en la cuenca del Río Candelaria, Campeche", *Estudios de Cultura Maya*, vol. XVI, Centro de Estudios Mayas-UNAM, pp. 325-377, México.
- Pincemin, Sophia
1989. *San Enrique y El Tigre. Dos sitios del valle del Candelaria, Campeche*, tesis de doctorado en Investigación Antropológica, IIA-UNAM, México.
- Piña Chan, Román y R. Pavón Abreu
1959. "¿Fueron las ruinas de El Tigre Itzamkanac?", *El México Antiguo*, tomo IX, pp. 473-491, México.

Rigel de la Portilla Quiroga, María de los Ángeles

2008 *Termoluminiscencia para la autenticación de fechamientos arqueológicos. El caso de la cerámica del Proyecto Arqueológico El Tigre, Campeche*, tesis de licenciatura de Arqueología, ENAH, México.

Travesi A.

1975. *Análisis por Activación Neutrónica*. Publicaciones Científicas de la Junta de Energía Nuclear, Madrid, España.

Vargas Pacheco, Ernesto

2006 “Cabecera, unidad y espera política: dinámica de la Provincia de Acalan”, *Nuevas perspectivas sobre la geografía política de los mayas*, Tsubasa Okoshi, Lorraine Williams y Ana Luisa Izquierdo (edit.), pp. 127-157 Universidad Autónoma de Campeche, Foundation for the Advancement of Mesoamerican Studies, INC, México.

Vargas Pacheco, Ernesto y Angélica Delgado Salgado

2010 “Cronología, estratigrafía y fechamientos absolutos en El Tigre, Campeche”, *La Península de Yucatán: investigaciones recientes y cronologías alternativas*, en A. Benavides y Ernesto Vargas P. (coords.), Universidad Autónoma de Campeche, Campeche.

Vargas Pacheco, Ernesto y Kimiyo Teramoto

1996. “Las ruinas arqueológicas de El Tigre, Campeche. ¿Itzamkanac?”, *Mayab*, Núm. 10, pp. 33-45, Sociedad Española de Estudios Mayas, España.