

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA
FACULTAD DE CIENCIAS Y HUMANIDADES



VALIDACIÓN DE UN KIT DE CAMPO PARA LA
DETERMINACIÓN DE FOSFATOS EN PISOS HECHOS DE
ESTUCO DEL SITIO ARQUEOLÓGICO LA CORONA
UTILIZANDO EL MÉTODO DE MURPHY Y RILEY

Trabajo de graduación en modalidad de tesis, presentado por
Alan Roberto Samayoa Juárez
para optar al grado académico de Licenciado en Química

Guatemala,

2023

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA
FACULTAD DE CIENCIAS Y HUMANIDADES



VALIDACIÓN DE UN KIT DE CAMPO PARA LA
DETERMINACIÓN DE FOSFATOS EN PISOS HECHOS DE
ESTUCO DEL SITIO ARQUEOLÓGICO LA CORONA
UTILIZANDO EL MÉTODO DE MURPHY Y RILEY

Trabajo de graduación en modalidad de tesis, presentado por
Alan Roberto Samayoa Juárez
para optar al grado académico de Licenciado en Química

Guatemala,


2023

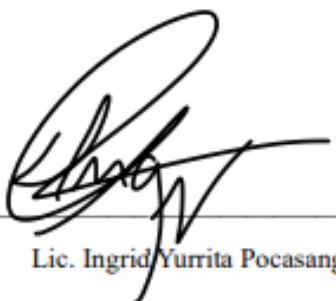
Vo. Bo.:

(f) 
Lic. Andrea María del Rosario Sandoval Molina

Tribunal examinador:

(f) 
Lic. Andrea María del Rosario Sandoval Molina

(f) 
M.A. Irma Patricia Orellana Catalán

(f) 
Lic. Ingrid Yurrita Pocasangre

Fecha de aprobación: Guatemala, 1 de junio de 2023

PREFACIO

El desarrollo y la ejecución de este proyecto surge a partir del interés de los departamentos de Química y Arqueología de la Universidad del Valle de Guatemala, de poder unificar técnicas y habilidades para crear nuevas metodologías de análisis que sirvan para impulsar los estudios arqueológicos dentro del país.

Guatemala cuenta con la capacidad de llevar a cabo todos estos proyectos fácilmente, sin embargo, la falta de interés por parte de los laboratorios limita los estudios realizados en nuestro país, por lo que normalmente se deben realizar los estudios en el extranjero, lo cual implica un aumento considerable en el presupuesto de dichos proyectos.

Debido a esto, agradezco al laboratorio ecológico y químico ECOQUIMSA y a todo su equipo de trabajo por permitirme hacer uso de sus instalaciones y por brindarme todos los materiales, reactivos y equipo necesario para llevar a cabo esta investigación.

También agradezco a mi asesora Andrea Sandoval por todo el apoyo y todos los conocimientos que pudo transmitirme para poder orientar bien el objetivo de esta tesis, a Tomas Barrientos y a Irma Orellana, directores de los departamentos de Arqueología y Química de la UVG respectivamente, por haberme ofrecido la oportunidad de involucrarme en este proyecto, con el fin de ejecutar proyectos de alto impacto, no solo para la universidad, pero también para la comunidad científica de nuestro país.

ÍNDICE

Página

Listado de cuadros	iii
Listado de figuras.....	iii
Resumen.....	iv
I. INTRODUCCIÓN	1
II. OBJETIVOS	4
A. Objetivos generales.....	4
B. Objetivos específicos	4
III. JUSTIFICACIÓN	5
IV. MARCO TEÓRICO.....	7
A. Arqueometría	7
B. Sitio de Estudio	10
C. Características del fósforo en el suelo.....	11
D. Análisis fisicoquímico del fósforo	13
V. METODOLOGÍA	17
A. Investigación.....	17
C. Muestreo.....	17
D. Metodología.....	18
VI. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	20
VII. CONCLUSIONES	28
VIII. RECOMENDACIONES.....	29
IX. BIBLIOGRAFÍA	30
X. ANEXOS	35

Listado de cuadros

Cuadro No. 1 – Parámetros calculados para la verificación parcial del método analítico	21
Cuadro No.2 - Concentraciones de Fosfato disponible en los estucos fabricados en laboratorio..	21
Cuadro No.3 – Correcciones a las concentraciones de Fosfatos.....	22
Cuadro No. 4 – Resultados de las muestras arqueológicas de matriz estuco.....	23
Cuadro No.5 – Aciertos y desaciertos de las metodologías desarrolladas	26
Cuadro No.6 – Datos originales de las muestras de estuco diluidas y analizadas en triplicado	40
Cuadro No.7 – Detalles del costo del análisis con el kit de campo para una muestra	43

Listado de figuras

Figura No.1 – Gráfico de comparación entre concentración de Fosfatos estimada vs concentración experimental.....	22
Figura No.2 – Mapa de la plaza 2 del grupo “Caballito”	35
Figura No.3 – Mapa del área de excavación del proyecto “El Caballito” de la temporada 2022..	36
Figura No.4 – Muestras de estuco del sitio arqueológico La Corona	37
Figura No.5 – Muestras de estuco analizadas por el método analítico	37
Figura No.6 – Muestra analizada con el kit de campo en el rango 10-25 ppm.....	38
Figura No.7 – Muestra analizada con el kit de campo en el rango de 25-50 ppm	38
Figura No.8 - Muestra analizada con el kit de campo en el rango de 50-100 ppm.....	39
Figura No.9 – Muestra analizada con el kit de campo en el rango de 100-250 ppm.....	39
Figura No.10 – Rango lineal de trabajo para el método analítico de determinación de fosfatos...	40
Figura No.11 – Escala colorimétrica modificada.....	45

Resumen

La determinación de la concentración de fósforo en forma de fosfato en el suelo, específicamente en los que son hechos de estuco, es uno de los análisis más utilizados por los arqueólogos para poder deducir el tipo de actividad humana que se realizaba en un área determinada y el uso que se le daba al mismo. El método de Olsen es el método de extracción más eficiente cuando se trabaja con suelos calcáreos, mientras que el método de Murphy y Riley es el método de cuantificación más utilizado por medio de espectrofotometría UV-Vis. El objetivo de este trabajo de investigación es Adaptar y Validar un kit de campo con una escala colorimétrica semicuantitativa para llevar a cabo la cuantificación de fosfatos en muestras de estuco provenientes del sitio arqueológico La Corona. El método de extracción obtuvo un porcentaje de recuperación de 88.7% y la comparación del kit de campo con el método analítico previamente validado dio un 88.2% de acierto. Debido a que en estos estudios se analizan una gran cantidad de muestras, se necesita de un método relativamente rápido y que no sea tan costoso, por lo que, al hacer las modificaciones necesarias para adaptar el kit a estas condiciones, se redujo el tiempo de análisis de las muestras, ya que con el método analítico tradicional tomaba aproximadamente una hora en analizar una muestra, mientras que con el método de campo se requieren aproximadamente 35 a 40 minutos por cada muestra. Además de esto, se estima que el kit de campo desarrollado tiene un costo de Q14.45 por muestra, lo cual es más económico que el método analítico de laboratorio.

I. INTRODUCCIÓN

La arqueometría es una rama de la ciencia que ha ido ganando importancia durante las últimas décadas, debido al gran requerimiento de conocimientos y técnicas de diferentes disciplinas para poder desarrollar los estudios necesarios para adquirir conocimientos de civilizaciones antiguas (Pingarrón et al., 2014).

La implementación de diversas metodologías de análisis químico a la arqueología ha permitido obtener otro tipo de información que va más allá de lo que podemos ver en los sitios históricos. Estas pruebas cuantitativas o semicuantitativas, junto con otro tipo de evidencias culturales sobre los sitios de excavación ayudan a comprender cómo era la vida hace cientos de años en estas civilizaciones (Mejía. E, Barba. L, 1988).

Una de las pruebas arqueométricas más utilizadas es el análisis de fosfatos en suelos, específicamente en pisos de estuco. Este tipo de estudio ofrece información complementaria a los hallazgos arqueológicos del sitio para comprender de mejor manera el tipo de actividad humana que se realizaba en la zona. Debido a los cambios químicos que se dan en los suelos de estos territorios, ocurren cambios de pH en el piso, lo cual genera la acumulación de muchos compuestos de calcio, nitrógeno, carbono, etc, pero ninguno como los compuestos de fósforo en forma de fosfatos ha logrado obtener ese nivel de estabilidad durante periodos largos de tiempo (Eugenio, 1994).

La gran acumulación de fosfatos en los suelos de estos sitios arqueológicos se debe a la variedad de actividades que los humanos realizaban, desde preparación y consumo de alimentos, hasta la realización de rituales o incluso depósitos de desechos (Ortiz, 2003). De esta forma, los iones fosfato interactúan con otros metales como lo es el hierro y el aluminio, formando compuestos altamente estables que permanecen intactos durante mucho tiempo (Ramírez, 2009).

Para que el suelo pueda ser estudiado, primero se debe encontrar la forma de solubilizar y recuperar los fosfatos presentes en las muestras. Existen varios métodos, pero cuando se trata de suelos con alto contenido de carbonato de calcio, se utiliza el método de Olsen. Este método consiste en la solubilización de los iones ortofosfato por medio de una solución de bicarbonato de sodio que ayuda a que los metales mencionados anteriormente, reduzcan su actividad con los iones ortofosfato para formar otros compuestos (Zalba et al., 2002).

El método de Murphy y Riley ha sido una de las técnicas más utilizadas para determinar la presencia de los iones ortofosfato. La forma en la que este método funciona es por medio de la reacción entre los iones molibdato y los iones ortofosfato en medio ácido para formar un compuesto llamado azul de fosfomolibdeno,

el cual se caracteriza por su color llamativo y que puede analizarse fácilmente por espectrofotometría UV-Vis (Cai, T, R, Yost & W. Olsen, 1994).

Actualmente, Guatemala no cuenta con laboratorios acreditados para realizar este tipo de análisis arqueométricos, por lo que la finalidad del presente trabajo es adaptar y validar un método de campo semicuantitativo para que los arqueólogos puedan llevar a cabo este tipo de estudios sin la necesidad de enviar sus muestras al extranjero para que sean analizadas y así, ahorrar dinero que puede destinarse a otros proyectos.

Se pretende validar un método analítico en un laboratorio y posteriormente, adaptar un kit de fosfatos comercial para que este pueda utilizarse para hacer las mediciones. Los resultados deben compararse y obtener valores confiables, según los criterios analíticos sobre validación de métodos. Para ello, los resultados del kit deben ser similares a los obtenidos con el método analítico, para demostrar una reproducibilidad aceptable.

La validación del método analítico se llevó a cabo con 7 estucos fortificados con concentraciones de fosfatos conocidas y un blanco de la matriz, realizando 6 ensayos distintos con pruebas en triplicado. Ya teniendo el método validado, se realizó el análisis de las muestras para conocer la concentración exacta de fósforo.

Tomando en cuenta la metodología aplicada para el análisis con el espectrofotómetro UV-Vis, se realizaron las modificaciones necesarias para adaptar el procedimiento al kit de campo para que este sea igual de eficiente, pero que reduzca el tiempo de preparación, extracción y cuantificación.

Al final de la evaluación del kit de campo, se obtuvo un porcentaje de acierto del 88.2% de las muestras analizadas por ambos métodos, demostrando la reproducibilidad de esta técnica de análisis y la confiabilidad de los resultados.

El kit de campo logró reducir el tiempo de análisis que se tenía con el método de laboratorio, pasando de requerir una hora para estudiar una muestra, a solo requerir 35-40 minutos aproximadamente. Por otra parte, se estima que el kit de campo desarrollado tiene un costo de Q14.45 por muestra, lo cual es más económico que el método analítico de laboratorio, ya que, en un laboratorio comercial, el costo del análisis de una muestra podría superar los Q150.00.

La recomendación más importante de esta investigación, es continuar con las mejoras de la escala colorimétrica que se tiene, para que esta sea más sensible a las concentraciones presentes en contextos arqueológicos y así poder presentar resultados más precisos. Incluso otra recomendación sería la de adaptar

otro método de extracción que permita el análisis de diferentes matrices de suelo que tengan propiedades distintas, para poder ampliar el alcance del análisis de fosfatos.

II. OBJETIVOS

A. Objetivos generales

1. Verificar un método analítico para la determinación de fosfatos disponibles en una matriz de estuco, por medio de la técnica colorimétrica de Murphy y Riley.
2. Analizar muestras reales de piso de estuco provenientes del sitio de excavación La Corona, y utilizar las concentraciones de fosfatos de los pisos en conjunto con las observaciones arqueológicas del sitio con el fin de deducir el tipo de actividad humana que se realizaba.
3. Adaptar un kit de campo comercial con una escala colorimétrica semicuantitativa para la determinación de fosfatos disponibles en una matriz de estuco.

B. Objetivos específicos

1. Comparar los resultados de las concentraciones de fosfatos con otras evidencias culturales de la zona arqueológica para identificar zonas de almacenamiento, consumo y preparación de alimentos, de desechos orgánicos o de rituales sagrados.
2. Comparar los resultados obtenidos con el kit de campo y los obtenidos con el equipo de espectroscopía UV-Vis para determinar la precisión y exactitud del kit.
3. Desarrollar una metodología replicable y reproducible en campo para agilizar y mejorar el alcance de estos estudios arqueológicos

III. JUSTIFICACIÓN

La arqueometría es una disciplina que se encarga de la implementación de nuevas metodologías y técnicas de análisis químicas, físicas y biológicas que sean de utilidad para obtener información sobre estructuras o piezas de valor histórico que han sido utilizadas o elaboradas por el ser humano. Previo al desarrollo de estas técnicas, la arqueología se basaba meramente en lo que podía ser analizado a simple vista, sin embargo, esto era un limitante, ya que había mucha más información que no podía ser detectada por el ojo humano (Sciuti, 2002). Ahora, gracias a la tecnología y la gran variedad de metodologías, es posible recuperar mayor información del objeto y, con base en el contexto histórico del mismo, se puede explicar el origen y los usos que se le daban, de una forma más clara (Molina, 2014).

Uno de los campos con mayor importancia es el de análisis fisicoquímico de materiales. En esta categoría existe una gran variedad de análisis fotométricos y colorimétricos para determinar diferentes sustancias. Uno de los análisis arqueométricos más aplicados es el de fosfatos en suelos. Este es un método que requiere de una preparación previa del suelo para posteriormente realizar la reacción que forma un complejo de fosfomolibdeno, el cual produce una coloración característica que ayuda a determinar la concentración de fosfatos por medio de un equipo de espectroscopía UV-Vis. Esta metodología se realiza cuando se quiere determinar la presencia de desechos orgánicos en una zona determinada, ya que cualquier tipo de materia orgánica, así como restos de alimentos, materia fecal, tejidos humanos o de animales son materiales que dejan rastros de fósforo en el suelo. Esto sirve para identificar el tipo de actividad humana en algún templo o vivienda antigua (Ortíz, 2003).

El estuco fue uno de los materiales más utilizados por la civilización maya para la construcción de sus pirámides, viviendas y otras estructuras. El principal componente de este material era el carbonato de calcio, proveniente de la piedra caliza. Este material se sometía a un proceso de calentamiento a 900 grados Celsius y posteriormente al combinarse con otros componentes se formaba un material ligero y poroso que era aprovechado para arreglar la fachada y los pisos de sus construcciones. La porosidad del estuco le permite absorber y almacenar por un gran periodo de tiempo los desechos orgánicos generados por los humanos, lo cual lo vuelve un buen material para realizar el análisis de fosfatos (Schreiner, 2011).

El sitio arqueológico de La Corona, ubicado en el departamento de Petén, Guatemala, corresponde a una antigua ciudad maya la cual se sabe por medio de varias piezas arqueológicas, que era de gran importancia política para las dinastías y civilizaciones que habitaron durante el periodo clásico. Este es un sitio relativamente nuevo en cuanto a su descubrimiento, ya que fue en el año 2005 que iniciaron los trabajos de investigación en esta zona. Muchos paneles y esculturas de esta antigua ciudad muestran reyes, príncipes y princesas de varias dinastías, por lo que se puede asumir que era un lugar de mucha actividad humana (Lamoureux-St-Hilaire et al., 2019).

Es por este motivo, que el objetivo de este estudio es llevar a cabo el análisis de fosfatos en pisos de estuco de un área delimitada de este sitio arqueológico, para tener una idea de la actividad humana llevada a

cabo en un área determinada dentro del sitio arqueológico. Además, se busca complementar los resultados con un mapa de concentración, para mostrar de mejor manera la distribución de esta sustancia en el suelo, y en base a los resultados obtenidos, desarrollar la metodología de trabajo en este material para poder aplicar un kit de campo que pueda facilitar y agilizar futuros análisis del mismo tipo. De esta manera se logrará obtener información que ayudará a complementar acerca de la importancia de esta ciudad para las civilizaciones de ese tiempo.

IV. MARCO TEÓRICO

A. Arqueometría

1. Antecedentes

Desde hace ya varias décadas, el uso de análisis químicos aplicados en la arqueología se ha vuelto de gran relevancia para la comunidad científica, debido a los buenos resultados que se obtienen y a la información que desvelan sobre antiguas civilizaciones. Hace aproximadamente treinta y cinco años, la aplicación de la arqueometría ha contribuido de gran manera al estudio de antiguas civilizaciones mesoamericanas, tanto de suelos como de piezas de cerámica. El estuco que se utilizaba para los suelos y el barro empleado para sus piezas de cerámica son materiales porosos que absorben una diversa cantidad de sustancias líquidas, lo cual ha ayudado a preservar una gran cantidad de sustancias que, con ayuda de la tecnología y diversas pruebas fisicoquímicas, se pueden identificar para recuperar información de actividades humanas, sin importar que hayan pasado cientos de años desde su uso (Pingarrón et al., 2014).

Desde la década de los setentas, se han realizado diversos estudios arqueométricos en México, específicamente en los sitios arqueológicos de Tlaxcala, Muxucucab, Caltimacán y Teopancazco. En dichos lugares se han realizado pruebas de fosfatos, carbonatos, pH, residuos grasos y residuos proteicos. Dichos estudios han permitido identificar cocinas e incluso el tipo de alimentos que fueron manipulados y almacenados en la zona (Pingarrón et al., 2014).

No solo en territorio mexicano se han realizado este tipo de investigaciones, sino que también se han realizado investigaciones similares en antiguos asentamientos del valle de Azapa, ubicado al norte de Chile. De las viviendas analizadas se verificaron los parámetros anteriormente mencionados para poder encontrar correlaciones entre diferentes variables y así, junto con otras evidencias culturales y botánicas, pudieron identificar zonas de almacenamiento y preparación de alimentos, zonas de desechos y zonas de rituales (Muñoz. I & Cruz. J, 2005).

2. Definición

La arqueometría es una rama relativamente nueva de la ciencia, cuya definición ha ido cambiando con el paso del tiempo. El origen de este concepto se le atribuye a la revista *Archaeometry*, la cual fue creada en el año 1958 por la Universidad de Oxford, específicamente por el *Research Laboratory for Archaeology and the History of Art*. Una de las primeras definiciones de la arqueometría enuncia “Aplicación e interpretación de datos en ciencias naturales en los estudios arqueológicos e historia del arte” (Montero. I, García. M y López. E, 2007). Sin embargo, con el paso del tiempo, esta y muchas otras definiciones fueron

rechazadas o criticadas debido a que no se consideraban lo suficientemente específicas para definir todo lo que la arqueometría implicaba. Fue hasta el año 2001 que se publicó en el libro *Archaeometry in Europe in the Third Millennium* la definición más acertada, que se sigue utilizando en la actualidad, la cual define la arqueometría de la siguiente forma:

La arqueometría es un campo interdisciplinario que se basa en la aplicación de ciencias naturales y los métodos físicos y químicos que existen para poder analizar a profundidad y obtener información sobre piezas de arte u otro tipo de objetos que hayan sido manipulados por los humanos a lo largo de la historia. La arqueometría se basa en dos objetivos específicos; el primero es el de utilizar la física, la química y la biología para desarrollar nuevas metodologías y tecnologías que permitan ampliar y facilitar la forma de analizar objetos o lugares. Por otra parte, el segundo objetivo busca poder aplicar las metodologías mencionadas anteriormente con el fin de extraer información histórica y cultural sobre las civilizaciones del pasado (Sciuti, 2002).

3. Tipos de estudios arqueométricos

Para llevar a cabo un análisis arqueométrico, es importante saber qué es lo que se desea determinar en base al objeto o sitio de estudio. Estos estudios pueden clasificarse en cuatro tipos distintos, los cuales son: Estudios de datación, análisis físico-químico de materiales arqueológicos, estudios paleo ambientales y prospección geofísica y teledetección espacial. De cada uno de estos ámbitos existen varias técnicas que se pueden utilizar, sin embargo, se deben tomar en cuenta los siguientes factores para poder elegir el método más conveniente: tipo de material a analizar, versatilidad de la técnica, materiales y equipo disponible, tiempo de trabajo, conocimiento personal de las técnicas, etc (Guirao, 2015).

a. Análisis físico-químico de materiales arqueológicos

Desde hace mucho tiempo se ha demostrado que la actividad humana es causante de la alteración de los ciclos naturales que se encargan de la formación de suelos. En muchos sitios arqueológicos, se han logrado determinar acumulaciones de metales, minerales, compuestos orgánicos y muchos otros tipos de sustancias químicas que han sido generadas por los humanos, sin embargo, todo esto no es posible analizarlo a simple vista. Para ello, es necesario llevar a cabo un análisis físico-químico, los cuales involucran el uso de instrumentos de medición que realizan mediciones y comparaciones entre varios tipos de muestras. Algunos métodos requieren que las muestras tengan un tratamiento previo para poder ser analizadas. Muchos de estos estudios involucran el análisis de un blanco y un grupo control para tener mayor confiabilidad sobre los resultados. Entre los principales análisis físico-químicos que se realizan en arqueología, debido a su

importancia para conocer sobre el contexto histórico del sitio de estudio, están las pruebas de pH, fosfatos y carbonatos (Ortiz, 2003).

Los fosfatos y los carbonatos, además de ser muy estables, se ha podido determinar que pueden acumularse y permanecer intactos por casi más de mil años, siempre y cuando estos se encuentren en las condiciones climáticas y ambientales adecuadas. El pH es uno de los parámetros que se debe tomar en cuenta al momento de analizar estos compuestos, ya que mantienen una relación significativa estas variables, debido a que el pH puede influir mucho en la conservación y acumulación de estas oxisales (Ortiz, 2003).

4. Importancia de las técnicas arqueométricas

La incorporación de otras ciencias a la arqueología ha sido fundamental a lo largo de los años, ya que, con el paso del tiempo, se han ido desarrollando técnicas que permiten adentrarse al pasado, de tal forma que resulta más fácil la obtención de información y la comprensión de los sucesos de la antigüedad. En el caso de esta tesis, las pruebas fisicoquímicas para fosfatos ayudan a comprender las actividades que se realizaban en esta antigua civilización maya. El análisis de fósforo en forma de fosfatos es de gran importancia en la arqueología, ya que este elemento, al ser un componente principal en huesos, desechos orgánicos (ya sea comida o materia fecal), tejidos, etc, en altas concentraciones en los antropoles puede indicar que dicho sitio era usado para acumular desechos humanos, preparar o consumir alimentos, incluso podría indicar zonas de descanso o de encierro de animales. En el caso de que los antropoles tuvieran bajas concentraciones de fosfatos, podría demostrar que esas zonas tenían usos muy limitados (Mejía. E, Barba. L, 1988).

En el caso de este estudio, cabe mencionar que la relación entre el estuco del piso de las construcciones mayas y la concentración de fosfatos es casi nula. Esto se debe a que la elaboración del estuco se realizaba mayormente con piedra caliza (compuesta de carbonato de calcio), cal (óxido de calcio) y adhesivos naturales extraídos de árboles (Arcus Global, 2020). A partir de estos componentes, es notable la ausencia de compuestos fosfatados en el estuco y, además, al ser un material que no está involucrado en el ciclo biogeoquímico del fósforo, se podría deducir que la presencia de fosfatos en este piso habría sido causada por actividades humanas, así como las que se mencionaron en el párrafo anterior. Es por esto que el estuco es un buen material para hacer las determinaciones, ya que los resultados obtenidos no serían afectados por el fósforo que se encuentra de forma natural en el suelo.

B. Sitio de estudio

1. Historia del sitio arqueológico La Corona

El sitio arqueológico La Corona pertenecía a una antigua civilización maya que se encuentra en la región noroeste del departamento de Petén, cercana al parque Laguna del Tigre y también al sitio El Mirador – Río Azul y que forma parte del Proyecto Regional Arqueológico La Corona. Este sitio, también denominado Sitio Q, fue descubierto de forma oficial durante la década de 1990, pero fue hasta el año 2005 que se iniciaron con los trabajos de investigación de este lugar (Ramírez, 2011).

2. Importancia del sitio y descubrimientos destacados

Este sitio que abarca un tramo de casi 40 km es de suma importancia debido a su ubicación y a la gran variedad de monumentos que se han descubierto en el lugar. Al ser una zona que cubre gran parte de la frontera norte de Guatemala, se ha demostrado que el sitio comparte mucha información con Calakmul, la cual es una antigua ciudad maya que, junto con Tikal y Palenque, eran de gran importancia para la organización política de las tierras altas (INAH, 2022).

Desde el año 1965 hasta finales de la década de 1980 y principio de la década de 1990, se descubrió que varios paneles y esculturas se encontraban distribuidos en Estados Unidos y Europa, ya que lastimosamente estas piezas habían sido extraídas del sitio por saqueadores y vendidas a coleccionistas u otros museos. Fue gracias a los trabajos de Peter Mathews, arqueólogo y epigrafista australiano, que pudo determinar que muchas de las piezas que se encontraban alrededor del mundo compartían muchos rasgos en cuanto a las inscripciones que estas tenían, lo que ayudó a armar lo que sería un catálogo con un total de 30 esculturas pertenecientes al sitio de la Corona (Canuto, M & Barrientos, T, 2011).

Uno de los descubrimientos más recientes que se han dado en el sitio es el de una estela a la cual se denominó como Altar 5. Esta es una pieza en la que se puede observar a un rey sentado de perfil que mira hacia el lado izquierdo. En este mismo relieve se puede ver un tipo de cetro conformado por una serpiente de 2 cabezas y además se ven otras 2 cabezas humanas que representan a los dioses de La corona (Kwei, 2018). Esta y muchas otras piezas encontradas en el sitio han demostrado que el sitio arqueológico La corona, era de vital importancia en cuanto a vínculos políticos, ya que las esculturas han brindado información sobre gobernantes, príncipes, princesas e hijas de gobernantes de Calakmul, así como su relación con la dinastía Kaanul y Dzibanche (Canuto, M & Barrientos, T, 2011).

C. Características del fósforo en el suelo

1. Ciclo del fósforo

El fósforo es un elemento que se considera altamente esencial para que una planta pueda crecer correctamente o para el desarrollo óptimo de organismos más complejos como los animales. El fósforo se puede encontrar en la naturaleza en forma de iones fosfatos, los cuales provienen de rocas sedimentarias que sufren un proceso de meteorización, en el cual se dan varias alteraciones y transformación provocadas por procesos químicos y físicos. Los principales factores que contribuyen a la meteorización del suelo son la temperatura y la lluvia (Aristizábal et al., 2011). Los compuestos fosfatados son absorbidos por las plantas y utilizan los iones fosfato en procesos como: conformación de ácidos nucleicos, síntesis de fosfolípidos y fosfoproteínas, producción de enzimas, proteínas, membranas del citoplasma y principalmente, actividad bioenergética para la síntesis de ATP y ADP (Mixquitiela & Villegas, 2016).

Según la cadena trófica de cada organismo, estos nutrientes fosfatados se irán transfiriendo a través de diferentes depredadores, hasta que la materia orgánica sea excretada o también que el organismo muera. De esta forma, el fósforo puede regresar al suelo y posteriormente transportado por medio de los escurrimientos pluviales hacia cuerpos de agua, en donde se sedimentan. El movimiento de las placas tectónicas provoca un fenómeno geológico llamado levantamiento. El levantamiento es un proceso en donde algunas partes de la superficie de la tierra se elevan, y es gracias a esto que los diversos compuestos fosfatados pueden regresar a la tierra e iniciar nuevamente con el ciclo (UCMP, 2020).

2. Formas de fósforo en el suelo

El fósforo es un elemento disponible en la corteza terrestre que se caracteriza por ser altamente reactivo, ya que se ha logrado demostrar su presencia en más de 170 compuestos minerales, pero además de esto, los minerales que contienen fósforo pueden transformarse con el paso del tiempo, permitiendo que este elemento pueda encontrarse de 3 formas distintas en la naturaleza: no lábil, lábil y fósforo en solución (Rossi et al, 2006)

El fósforo no lábil es la primera forma en la que se puede encontrar este elemento. El fósforo no lábil se encuentra usualmente en forma de apatita, que es un mineral de fosfato de calcio, sin embargo, también existen otros minerales que puede formar el fósforo, por ejemplo, es capaz de formar minerales con metales como: aluminio, hierro, plomo, estroncio, bario, cesio, etc. Todos estos se caracterizan por ser prácticamente insolubles, por lo que ninguna de estas fuentes de fósforo es vital para que los organismos vivos puedan absorberla. Estos minerales deben pasar por el proceso de meteorización para que puedan transformarse en la forma lábil que si es un suministro directo para las plantas u hongos (GRDC, 2009).

Por otra parte, el fósforo lábil es el que se encuentra disponible para la obtención de los organismos. Este se puede encontrar en su forma orgánica o inorgánica. El fósforo orgánico proviene de la biomasa microbiana y también de la materia orgánica presente en la zona que se encuentra en el suelo. Esta es una fuente P que está presente en diversas formas, ya sea como ácidos nucleicos (ARN y ADN), fosfolípidos, polifosfatos, nucleoproteínas, fosfoazúcares o incluso fosfatos de adenosina, los cuales son una forma menos común (GRDC, 2009).

El fósforo inorgánico lábil es el que se encuentra en su mayoría en forma de ion ortofosfato PO_4^{3-} , proveniente de la meteorización de muchos minerales. Esta forma mantiene un equilibrio con la solución del suelo, ya que es la forma que más proporciona a este elemento para la absorción de las plantas y, además, sirve para evitar cambios de concentración muy drásticos en dicha solución (Tapia & García, 2013). En el caso de esta investigación, esta es la forma en la que se encontrará el fósforo que se desea determinar en los suelos de estuco, ya que el fósforo proveniente de materia orgánica se transforma en los iones ortofosfato, los cuales son los que se mantienen estables en el suelo sin sufrir cambios.

Por último, está el fósforo soluble, el cual se encuentra en la solución de suelo y es la forma más aprovechable para las plantas y hongos debido a su disponibilidad inmediata. La concentración de este nutriente se mantiene en constante equilibrio tal y como se mencionó anteriormente, pero la abundancia puede variar según la relación entre suelo y agua que exista en la zona. El fósforo se puede encontrar de 2 formas distintas: fosfatos diácidos y monoácidos, con una fórmula molecular H_2PO_4^- y HPO_4^{2-} respectivamente (Vásquez et al, 2004).

3. Factores que afectan a la obtención de fósforo del suelo

La cantidad de fósforo disponible en el suelo es algo que puede variar de gran manera en el suelo, ya que este se ve altamente influenciado por las propiedades del ambiente, de los organismos que habitan el lugar y también las propiedades del suelo. Todos estos factores pueden provocar cambios en la intensidad, cantidad, el poder tampón del fósforo y su difusión.

La humedad es uno de los principales factores, ya que el agua, aparte de solubilizar los fosfatos, sirve como medio de transporte para que estos nutrientes puedan ser absorbidos por las raíces. Es por esto que, en lugares con periodos de sequías muy marcados, es habitual que el fósforo permanezca mineralizado, es decir, en su forma inorgánica (Munera & Meza, 2012). La textura de la tierra es otro factor que va muy de la mano con la humedad, ya que los suelos de textura gruesa pueden retener un menor contenido de agua que los de textura fina, lo cual impide la adsorción de los aniones fosfato (Sanzano, 2019).

El pH también puede afectar a la cantidad de fósforo disponible, ya que, al estar sometido en soluciones muy ácidas o muy alcalinas, se puede dar la fijación de este elemento en forma de ortofosfatos complejos de hierro y aluminio muy poco solubles (Sanguino, 1961). Es por esto que el rango adecuado para

obtener la mayor disponibilidad de fósforo es entre 6.5 y 7.5. Existen varias técnicas para ajustar el pH del suelo por medio de fertilización con azufre o con yeso. Cuando se utilizan fertilizantes que acidifican el suelo alcalino, se produce un aumento en la cantidad de microorganismos y su actividad, lo que genera una mayor fuente de P orgánico lábil (K+S Minerals and Agriculture, s.f).

Las propiedades mineralógicas del suelo son fundamentales para comprender la adsorción de los aniones de ortofosfatos. Dependiendo de la cantidad y el tipo de arcilla que contenga el suelo se puede tener una mayor afinidad. Un ejemplo podrían ser los suelos volcánicos, ya que estos poseen arcillas alófanas. Este tipo de arcilla presenta cargas negativas y positivas, por lo que pueden atraer a los iones fosfato y fijarlos para aumentar la cantidad de este nutriente en el suelo (Ramírez, 2009). Los estudios realizados anteriormente en viviendas mesoamericanas demuestran que los materiales con los que se fabrica el estuco, poseen las propiedades adecuadas para la adsorción de los iones ortofosfatos. La porosidad y liviandad del estuco son aspectos mencionados anteriormente que permiten la absorción de desechos orgánicos y la adhesión de las moléculas a su superficie

D. Análisis fisicoquímico del fósforo

1. Métodos de extracción del fósforo

A través de los años se han ido desarrollando varios métodos de extracción del fósforo del suelo, sin embargo, entre los más conocidos y eficientes están los métodos de Bray y Kurtz, el método de Mehlich 1 y el método de extracción de Olsen. El método de Bray y Kurtz fue desarrollado en el año de 1945 y en la actualidad sigue siendo considerado como uno de los más efectivos para recuperar la mayor cantidad de fósforo en el suelo. Este método consiste en utilizar una solución de fluoruro de amonio (NH_4F) mezclada con ácido clorhídrico diluido (HCl) para solubilizar el fósforo por medio del efecto del pH y los iones H^+ . Los iones fluoruro (F^-) se encargan de reducir la actividad de los iones de calcio, hierro y aluminio ya que se forman complejos con estos mismos metales, provocando así la liberación del fósforo e impidiendo que este vuelva a ser adsorbido por el suelo (García & Ballesteros, 2006).

El método de Mehlich 1 es aquel que utiliza una solución extractora compuesta por una mezcla de ácido clorhídrico y ácido sulfúrico. Estos 2 ácidos permiten que el fósforo lábil del suelo sea soluble gracias al efecto que genera el pH en los fosfatos. A diferencia del método de Bray y Kurtz, este método es más accesible en cuanto a lo económico, debido a que estos reactivos se encuentran con mayor disponibilidad que el fluoruro de amonio que se utiliza con Bray y Kurtz.

Además de los dos métodos mencionados anteriormente, existe otra técnica de extracción que se utiliza especialmente para suelos calcáreos. El método de Olsen funciona por medio de una solución de bicarbonato de sodio 0.5 M. Esta solución permite que los iones de calcio, aluminio y hierro reduzcan su

actividad, formando oxi-hidróxidos de estos elementos, aumentando la solubilidad del fósforo (Zalba et al., 2002).

Cabe recalcar que los métodos de Olsen, Mehlich 1 y Bray y Kurtz solo funcionan en rangos muy específicos de pH, algunos solo funcionan para suelos alcalinos y otros solo para suelos ácidos o neutros, sin embargo, existe el método de Mehlich 3, el cual consiste en una solución extractante que funciona para una amplia variedad de elementos como: fósforo, potasio, magnesio, manganeso, cobre, hierro, etc, en diferentes condiciones de pH. Esta solución está compuesta por una mezcla de: ácido acético 0.2 M, nitrato de amonio 0.25 M, fluoruro de amonio 0.015 M, EDTA y ácido nítrico para ajustar el pH. La forma en la que se extrae el fósforo con este método es similar al método de Bray y Kurtz, con la única diferencia que este usa otro ácido que ayuda a la obtención del fósforo, además, esta solución no se neutraliza tanto con el carbonato de calcio de los suelos calcáreos, lo cual lo vuelve un método muy eficaz (Mehlich, 1985).

2. Método de Murphy y Riley

El método de Murphy y Riley desarrollado en el año de 1962 permite la determinación de fósforo en el suelo por medio de una reacción colorimétrica. Posterior a la preparación de la muestra de suelo utilizando el método de Bray y Kurtz, se realiza este análisis en donde se trabaja en un medio acuoso con un pH casi de 1. La reacción que se realiza durante este proceso permite que los iones molibdato, ortofosfatos y los iones antimonio se reduzcan por la acción del ácido ascórbico, dando como producto un complejo azul de fosfomolibdeno que puede medirse por medio de espectroscopía UV-Vis a una longitud de onda de 880 nm. Una de las ventajas que este método ofrece es que no es tan sensible a la interferencia de otro tipo de iones que pueden encontrarse en el suelo, como lo son los cloruros. Otra ventaja que posee es que el tiempo de reacción es relativamente corto, ya que alcanza la coloración deseada en 10 minutos y además esta puede mantenerse estable por casi 24 horas (Cai, T, R, Yost & W. Olsen, 1994).

3. Espectroscopía UV-Vis

La espectroscopía UV-Vis es una técnica de análisis muy utilizada en el laboratorio ya que su funcionamiento se basa en la capacidad que tienen las sustancias de absorber radiación del rango ultravioleta visible, el cual abarca longitudes de onda desde los 160 hasta los 780 nanómetros. Cada sustancia posee una longitud de onda de absorción única debido a los diferentes enlaces que pueden poseer, ya que estos requieren de diferentes cantidades de energía para promover los electrones de un estado basal a un estado excitado. Entre las principales ventajas que se tienen al usar esta técnica, podemos mencionar que: es un equipo relativamente barato y sencillo de operar, los resultados se obtienen de forma rápida y no es destructivo, ya que permite que las muestras sean reutilizadas (Universidad de Alicante, 2022).

El alcance de esta poderosa técnica ha permitido que sea aplicada a diversas ramas de la ciencia. En bioquímica, la espectroscopía UV-Vis permite realizar análisis de moléculas orgánicas muy complejas, como lo son los ácidos nucleicos o las proteínas, ya que es posible identificar grupos funcionales de estas macromoléculas (Mettler Toledo, 2022). Por otra parte, en la industria de alimentos se puede utilizar para determinar el contenido de azúcar en diversos productos, ya sea en bebidas carbonatadas, dulces, frutas, etc. Otras aplicaciones importantes se hacen en la industria de medicamentos, cosméticos, biología, petroquímica y arqueología.

4. Validación de un método analítico

Cualquier método de análisis químico utilizado en un laboratorio siempre debe ser evaluado con el fin de verificar que los resultados que se obtienen son válidos y que tienen congruencia con el propósito del estudio. De esta manera, se puede demostrar que el método validado puede ser reproducible por otros investigadores, cumpliendo siempre con las normas internacionales que existen. En el caso del análisis de fosfatos, se busca que cumpla con las normas ISO 17025, ya que estas son las que se encargan de otorgar las acreditaciones a los laboratorios de ensayo y calibración. Para ello, es necesario que el método que se desea validar sea sometido a pruebas que demuestren la precisión y exactitud de los resultados que pueden obtenerse (UNODC, 2010).

En este caso, se busca demostrar que el método planteado es adecuado para poder medir fosfatos en pisos de estuco. Para ello, se debe describir claramente todos los materiales empleados (cristalería, equipo y reactivos) y las condiciones de trabajo. También se debe tomar en cuenta las siguientes características de desempeño: Porcentaje de recuperación, límite de detección, precisión, repetibilidad, reproductibilidad y controles. Otras herramientas importantes para poder validar un método analítico son: uso de blancos y estándares, patrones de medida y pruebas estadísticas (EURACHEM, 2005).

El porcentaje de recuperación es un parámetro que indica la capacidad de un método de determinar de forma cuantitativa el analito de una muestra, en comparación con la concentración real que fue adicionada al estándar de referencia. El porcentaje de recuperación de un método analítico no necesariamente tiene que ser del 100%, sin embargo, si es necesario que los valores obtenidos sean estables, reproducibles y precisos (UNODC, 2010). Este se puede calcular de la siguiente forma:

$$(1) \%Recuperación = \frac{Conc. Observada}{Conc. Esperada} \times 100$$

El límite de detección (LOD) es un parámetro que permite determinar cuál es la concentración mínima de un analito que puede ser detectada por el equipo y distinguirse del ruido de forma confiable. La forma de estimar el límite de detección de un proceso analítico es por medio del análisis de blancos de la

matriz de la muestra seleccionada, de los cuales se obtiene el promedio (representado como \bar{X}_{blanco}) y se suman 3 desviaciones estándar (representado con la letra s) (UNODC,2010).

$$(2) LOD = \bar{X}_{blanco} + 3 \times s$$

La precisión de un método analítico se mide en condiciones repetibles y reproducibles. Para poder medir la repetibilidad de un método, se debe trabajar en intervalos de tiempo corto, con los mismos materiales, en el mismo equipo y el mismo laboratorio. Este parámetro se suele medir en términos de coeficientes de variación o de desviación típica, en base a los resultados de los patrones analizados. Por otra parte, la reproducibilidad de un método se puede determinar variando alguna de las condiciones mencionadas anteriormente y observar si se dan alteraciones en los resultados.

V. METODOLOGÍA

A. Investigación

El presente proyecto de investigación se realizó con un enfoque cuantitativo de tipo correlacional y con un diseño no experimental transeccional. De esta forma se pretende demostrar que los resultados obtenidos con el kit de campo se asemejan al método convencional de laboratorio, ambos basándose en la técnica colorimétrica de Murphy y Riley y así, confirmar la confiabilidad de los resultados que ofrece el kit de fosfatos con tiras reactivas de la marca Merck por medio de una escala colorimétrica. Las listas de reactivos, equipo y cristalería utilizada se muestran en la sección de anexos.

B. Hipótesis

1. Hipótesis nula (H_0): El porcentaje de aciertos de los resultados del kit de campo en comparación con el método analítico es menor o igual al 80%
2. Hipótesis alternativa (H_a): El porcentaje de aciertos de los resultados del kit de campo en comparación con el método analítico es mayor al 80%

C. Muestreo

1. Población

Pisos de estuco maya recolectados en el sitio arqueológico La Corona, ubicado en Petén, Guatemala.

2. Criterio de inclusión y exclusión de los objetos de estudio

La matriz de las muestras de suelo se limitó únicamente a ser de estucos de una antigua construcción maya prehispánica.

3. Tipo de muestreo

Se llevó a cabo un muestreo no probabilístico por juicio, ya que se buscaban muestras que fueran de estuco. Para ello, el equipo del departamento de arqueología de la UVG llevó a cabo la recolección de una muestra de piso de estuco por cada metro cuadrado en el área de interés. Estas fueron almacenadas en bolsas de polietileno herméticas e identificadas con la fecha y los datos de la zona de trabajo, que en este caso pertenecen a la suboperación CR164C de la estructura 14S-10 ubicado en la plaza 2 del Grupo 14S-1, también llamado “Caballito”.

4. Tamaño de la muestra

El total de muestras de estuco recolectadas en dicho sitio arqueológico fue de 50.

D. Metodología

1. Tratamiento previo de las muestras

Las muestras de suelo recolectadas se sometieron a un proceso de secado y de homogeneización para evitar cualquier rastro de humedad y también para mejorar la superficie de contacto con los reactivos, con el fin de obtener una mejor recuperación de los fosfatos. El procedimiento se realizó de la siguiente forma.

- a. Traspasar las muestras a moldes de aluminio y secar en un horno durante 4 horas a una temperatura de 110°C.
- b. Traspasar las muestras secas a un mortero y pulverizar hasta conseguir un polvo fino.
- c. Pesar las muestras y guardar en bolsas herméticas previamente identificadas.

2. Preparación de controles de la matriz estuco

Se fabricaron 8 muestras artificiales de estuco con concentraciones de fosfatos de 0, 42, 63, 84, 105, 126,147 y 168 ppm. El procedimiento para la elaboración de los estucos se realizó de la siguiente forma:

- a. En un beaker de 100 mL se agregaron 0.350 g de fosfato diácido de potasio (KH_2PO_4) para crear la solución madre.
- b. En 6 balones de 50 mL, se prepararon las soluciones hija de 42, 63, 84, 105, 126,147 y 168 ppm utilizando 2, 3, 4, 5, 6,7 y 8 ml respectivamente de la solución madre.
- c. Utilizando moldes de silicona, se agregó a cada uno una mezcla de 15 g de carbonato de calcio y 5 de arena y posteriormente se les agregó 6 ml de las soluciones hijas correspondientes.
- d. Se calentaron por 1 hora con 20 minutos a una temperatura de 110°C y luego se almacenaron en bolsas herméticas.

3. Preparación de la solución ácida, alcalina y la solución extractora

- a. En un balón de 500 mL, preparar una solución 0.5 M de bicarbonato de sodio.
- b. En un balón de 100 mL, preparar una solución 1 M de hidróxido de sodio.
- c. En un balón de 50 mL, preparar una solución 3M de ácido sulfúrico.

4. Preparación de las muestras de tierra – Método de Olsen

- a. Mezclar la muestra de suelo y la solución extractora en una proporción 1:50 en beakers de 100 mL.
- b. Agitar a 200 rpm durante un tiempo aproximado de 45 minutos a temperatura ambiente.
- c. Filtrar al vacío y recuperar las muestras en nuevos beakers.
- d. Traspasar 15 mL de cada muestra a un tubo de ensayo y neutralizar con 1 mL de la solución de ácido sulfúrico.

5. Preparación para el método analítico de laboratorio – Método de Murphy y Riley

- a. Previo a analizar las muestras, preparar una muestra en blanco con agua destilada y un control con una solución de fosfatos de concentración conocida.
- b. En uno de los tubos de ensayo que contiene 5 mL de muestra previamente preparada, agregar 5 gotas del reactivo PO₄-1, el cual contiene iones molibdato. Agitar el tubo de ensayo en el vortex para homogenizar la solución.
- c. Después, agregar 1 microcucharadas del reactivo PO₄-2, el cual contiene ácido ascórbico. Agitar vigorosamente en el vortex hasta disolver por completo el reactivo.
- d. Dejar reposar por 5 minutos y luego introducir la muestra en la cubeta de cuarzo de 10 mm.
- e. Medir la concentración de fosfatos en el espectrofotómetro Spectroquant Prove 300.

6. Comparación con el kit de campo

- a. Repetir el proceso de extracción por el método de Olsen para 30 muestras seleccionadas aleatoriamente y los estucos, utilizando ahora con una proporción 1:5 con 5 gramos de suelo y 25 ml de solución extractora. En este caso, las muestras se agitaron manualmente durante 15 minutos y se omitió el proceso de filtrado.
- b. Tomar una tira de ensayo e introducirla en la muestra preparada.
- c. Colocar una gota del reactivo PO₄-1 en la zona de reacción de la tira y esperar 1 minuto hasta que se dé el cambio de coloración.
- d. Determinar la concentración de fosfatos por medio de la escala colorimétrica.

7. Validación del kit de campo e intercomparación con el método analítico

Durante esta etapa se llevó a cabo el montaje y la verificación parcial del método cuantitativo para la determinación de fosfatos disponibles en suelo por medio del método colorimétrico de Murphey y Riley, utilizando la técnica de espectrofotometría UV-Vis. El método fue desarrollado en un espectrofotómetro Spectroquant Prove 300 y celdas de cuarzo de 10 mm de longitud. Se realizaron 6 réplicas en días consecutivos utilizando los 8 estucos artificiales como patrones y se analizaron los diferentes parámetros mencionados anteriormente para verificar el método (límite de detección, límite de cuantificación, sensibilidad, rango dinámico, límite de linealidad, repetibilidad, reproducibilidad, controles y porcentaje de recuperación). Ya teniendo el método validado, se analizaron las 50 muestras de suelo en triplicado para determinar la concentración de fosfatos en esa zona del sitio arqueológico.

Para probar la reproducibilidad del kit de campo, se realizó una prueba de aciertos y desaciertos para 4 controles de diferentes rangos de concentraciones y 30 muestras seleccionadas aleatoriamente. Estas se analizaron para determinar si las concentraciones de fosfatos correspondían a los resultados obtenidos con el método analítico.

VI. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A. Resultados de la verificación parcial del método analítico y concentraciones de las muestras reales

Para la verificación parcial del método analítico UV-Vis para la determinación de la concentración de fosfatos en suelos calcáreos, específicamente pisos hechos a base de estuco, se midieron los siguientes parámetros: límite de detección, límite de cuantificación, sensibilidad, rango dinámico, límite de linealidad, repetibilidad, reproducibilidad, controles y porcentaje de recuperación, con el fin de determinar que tan precisos y confiables eran los resultados obtenidos (los cálculos de dichos parámetros se presentan en la sección de anexos).

El rango dinámico, porcentaje de recuperación y el límite de la linealidad se calcularon a partir de los 6 ensayos independientes realizados en el laboratorio y del rango lineal de trabajo generado a partir de un gráfico de absorbancia vs la concentración de fosfatos (1.33 ppm PO_4^{3-} hasta 4.26 ppm PO_4^{3-}). El equipo ya estaba previamente calibrado, por lo que se obtuvo un valor $R^2 = 1$, lo que indica una linealidad muy buena durante todos los ensayos. Se obtuvo un porcentaje de recuperación del 88.7% (Ver el Cuadro No.2) con una desviación estándar de 0.0286, lo cual indica que los resultados se mantienen en un rango aceptable.

En cuanto a los límites de detección y cuantificación, se obtuvieron valores de 0.101 ppm PO_4^{3-} y 0.336 ppm PO_4^{3-} respectivamente, los cuales fueron determinados por medio de la obtención de la desviación estándar de la concentración de fosfatos disponibles en el blanco de la matriz, correspondiente a los estucos elaborados en el laboratorio (ecuaciones (1) y (2) en el apartado de marco teórico). A partir de estos valores fue posible determinar otros parámetros importantes. El gráfico de absorbancia vs concentración de fosfatos indica que el límite de linealidad de nuestra curva de calibración es de 4.26 ppm PO_4^{3-} , lo que nos indica que el rango dinámico en el que se trabaja es de 3.93 ppm PO_4^{3-} a partir del límite de cuantificación. Es importante mencionar que estas no son las concentraciones reales en los estucos, ya que las muestras se encuentran diluidas durante el análisis, por lo tanto, después de obtener los resultados del equipo, se tienen que hacer los cálculos estequiométricos correspondientes para estimar la concentración real de fosfatos en el suelo.

Cuadro No. 1 – Parámetros calculados para la verificación parcial del método analítico

A) Sensibilidad	
De calibración (m)	0.853
Analítica	37.1
B) Límite de detección	
Smin	1.43
LOD	0.101 ppm
C) Límite de cuantificación	
Squant	1.62
LOQ	0.336 ppm
D) Rango dinámico	
Rango dinámico	3.93ppm
E) Límite de linealidad	
Límite de linealidad	4.26 ppm

Con base en los resultados de los parámetros medidos para la validación del método, se puede determinar que estos son aceptables, por lo tanto, el método se considera confiable, por lo que se puede aplicar esta metodología para llevar a cabo el análisis de las muestras pertenecientes al sitio arqueológico La Corona.

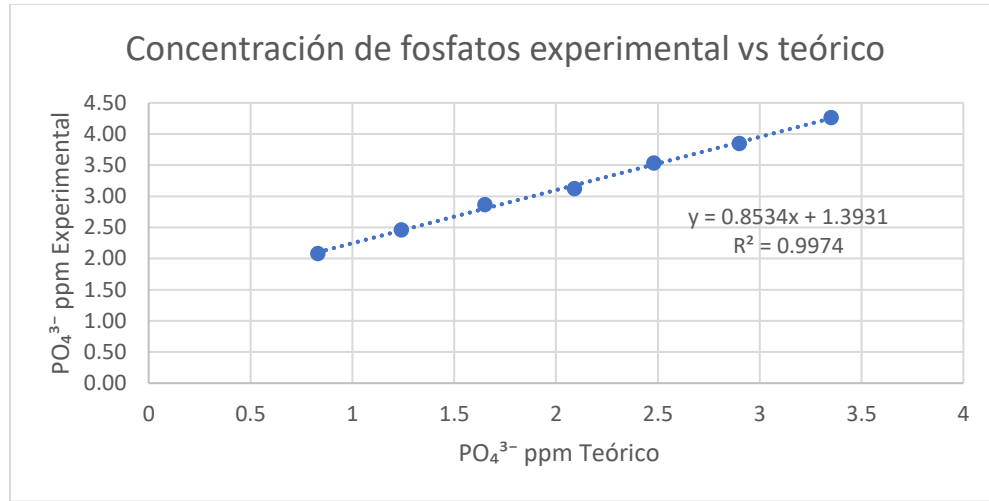
Cuadro No.2 Concentraciones de fosfato disponible en los estucos fabricados en laboratorio

Muestras Control	[PO₄³⁻] ppm (Valor Estimado)	[PO₄³⁻] ppm promedio	Desviación Estándar ppm	Coefficiente de Variación %
Estuco 1	0.830	2.07	0.0130	0.629
Estuco 2	1.24	2.46	0.0114	0.464
Estuco 3	1.65	2.86	0.0259	0.904
Estuco 4	2.09	3.12	0.0255	0.817
Estuco 5	2.48	3.53	0.0114	0.323
Estuco 6	2.90	3.84	0.0487	1.27
Estuco 7	3.35	4.26	0.0192	0.451

En el cuadro se observa el valor promedio de las concentraciones promedio de réplicas realizadas en triplicado y en días distintos. El coeficiente de variación presenta valores muy pequeños, lo cual nos indica que la media si es representativa para cada resultado obtenido de los diferentes estucos fabricados en el laboratorio. Las concentraciones experimentales muestran una variación considerable en comparación a los resultados esperados. Esto se debe a que los materiales utilizados para la elaboración de los controles (arena y carbonato de calcio), estaban contaminados con fosfatos, por lo que se tuvo que realizar la determinación de fosfatos en un blanco de la matriz, del cual se obtuvo una concentración de 1.33 ppm con una desviación estándar de 0.029 ppm, mismo que coincide con el valor del intercepto de la siguiente gráfica, en donde se

muestran las concentraciones esperadas vs las concentraciones obtenidas de forma experimental. Teniendo el valor promedio de la contaminación de los estucos, se puede hacer la corrección de las concentraciones, siendo estos nuevos resultados, la concentración real de los estucos fortificados. Dichos valores corregidos son los que se utilizaron para calcular el porcentaje de recuperación.

Figura No.1 – Gráfico de comparación entre concentración de fosfatos estimada vs concentración experimental



El intercepto confirma la concentración de fosfatos en el blanco de la matriz, demostrando la contaminación que presentaban los materiales utilizados para la fabricación de estucos.

Cuadro No.3 – Correcciones a las concentraciones de fosfatos

Muestras Control	[PO ₄ ³⁻] ppm (Valor Estimado)	[PO ₄ ³⁻] ppm (Valor Corregido)	Porcentaje de Recuperación %
Estuco 1	0.830	0.740	89.2%
Estuco 2	1.24	1.12	90.6%
Estuco 3	1.65	1.53	92.7%
Estuco 4	2.09	1.79	85.6%
Estuco 5	2.48	2.20	88.8%
Estuco 6	2.90	2.51	86.4%
Estuco 7	3.35	2.93	87.5%

Los resultados de las 50 muestras analizadas mostraron concentraciones de fosfatos variadas, siendo la más baja de 57.7 ppm y la más alta de 108 ppm, con una concentración promedio de 82.0 ppm y una desviación estándar de 13.3 ppm. A continuación, se presenta el Cuadro No.4 con todas las concentraciones reales obtenidas (Los resultados originales de las muestras diluidas pueden verse en el Cuadro No.6 en la sección de anexos).

Cuadro No. 4 – Resultados de las muestras arqueológicas de matriz estuco

#Muestra	Código de identificación	[PO ₄ ³⁻] ppm en estucos	Desviación Estándar de las muestras (ppm)
1	CR164C-2-2-3 (7)	70.0	0.0131
2	CR164C-2-2-3 (1)	72.8	0.0123
3	CR164C-2-2-3 (2)	66.8	0.00707
4	CR164C-2-2-3 (6)	103	0.00506
5	CR164C-2-1-1 (5)	69.2	0.0180
6	CR164C-2-1-1 (4)	74.8	0.0262
7	CR164C-2-2-3 (5)	57.6	0.00707
8	CR164C-2-2-3 (4)	74.5	0.00837
9	CR164C-2-2-3 (3)	81.4	0.00435
10	CR164C-2-1-1 (1)	84.3	0.0165
11	CR164C-2-1-1 (2)	81.4	0.0101
12	CR164C-2-1-1 (3)	83.1	0.00837
13	CR164C-1-2-3 (1)	88.6	0.0101
14	CR164C-1-2-3 (2)	101	0.00837
15	CR164C-1-2-3 (3)	101	0.00435
16	CR164C-1-2-4 (1)	64.1	0.0101
17	CR164C-1-2-4 (2)	75.1	0.0131
18	CR164C-5-2-2 (1)	75.5	0.0167
19	CR164C-5-2-2 (2)	89.3	0.00707
20	CR164C-5-2-2 (3)	95.0	0.00506
21	CR164C-6-1-1 (1)	89.4	0.00435
22	CR164C-6-1-1 (2)	61.2	0.00837
23	CR164C-6-1-1 (3)	73.8	0.0180
24	CR164C-6-1-1 (4)	58.8	0.0109
25	CR164C-6-1-1 (5)	58.5	0.00435
26	CR164C-6-2-2 (1)	89.6	0.0101
27	CR164C-6-2-2 (2)	77.2	0.0165
28	CR164C-6-2-2 (3)	90.1	0.0180
29	CR164C-6-2-2 (4)	69.9	0.00837
30	CR164C-6-2-2 (5)	99.1	0.00869
31	CR164C-6-2-2 (6)	88.9	0.00869
32	CR164C-6-2-2 (7)	105	0.00707
33	CR164C-9-2-2 (1)	99.3	0.00435
34	CR164C-8-2-2 (1)	67.2	0.0123
35	CR164C-8-2-2 (2)	74.5	0.00837
36	CR164C-8-2-2 (3)	94.4	0.00837
37	CR164C-9-2-2 (2)	80.6	0.00837
38	CR164C-9-2-2 (3)	69.7	0.00435
39	CR164C-9-2-2 (4)	76.3	0.00435
40	CR164C-9-2-2 (5)	77.5	0.00837
41	CR164C-10-2-2 (1)	84.0	0.0101
42	CR164C-10-2-2 (2)	103	0.00435
43	CR164C-10-2-2 (3)	69.4	0.00837

#Muestra	Código de identificación	[PO ₄ ³⁻] ppm en estucos	Desviación Estándar de las muestras (ppm)
44	CR164C-11-2-2 (1)	83.8	0.0131
45	CR164C-11-2-2 (2)	108	0.00506
46	CR164C-11-2-2 (3)	77.2	0.00506
47	CR164C-11-2-2 (4)	90.4	0.00506
48	CR152C-1-2-2	93.7	0.0123
49	CR152C-1-2-2	85.5	0.0123
50	CR152C-3-3-3	96.7	0.0123

B. Interpretación de las concentraciones de fosfato

Las muestras de suelo de estuco pertenecen a la suboperación CR164C de la estructura 14S-10 ubicado en la plaza 2 del Grupo 14S-1, también llamado “Caballito”. De esta estructura se analizaron las unidades CR164C-1, CR164C-2, CR164C-5, CR164C-6, CR164C-8, CR164C-9, CR164C-10 y CR164C-11, de las cuales se obtuvieron las muestras a profundidades de 0.64 m, 0.79 m, 0.56 m, 0.82 m, 0.56 m, 0.41 m, 0.37 m y 0.31 m respectivamente.

El análisis arqueológico efectuado por Muralles (2022), indica que la estructura constaba de 3 etapas constructivas compuestas de una plataforma elevada y 2 terrazas. Según otros hallazgos que se reportan, en el sitio se encontraron muestras de cerámica, carbón, obsidiana, hueso humano, pedernal, lítica, entre otros, además del suelo de estuco. El uso de este sitio por parte de la élite para realizar diversas actividades y posteriormente utilizado para elaborar un tipo de depósito ritual, podría explicar la presencia de fosfatos en el suelo.

Estudios realizados en el proyecto de Piedras Negras, en el departamento de Petén, Guatemala, indican que las concentraciones de fosfatos se consideran relativamente altas cuando superan los 100 ppm, intermedio entre 60 y 100 ppm y niveles relativamente bajos cuando es menor a 60 ppm. Tomando en cuenta que el promedio de concentración de fosfatos en el sitio fue de 82.0 ppm y en el sitio se encontraron muestras de cerámica, podría indicar algún tipo de depósito para desechos orgánicos (Parnell et al., 2001).

El proyecto de piedras negras presenta estudios de fosfatos en los sectores C, J y O & N. Basándonos en la clasificación mencionada anteriormente, el sector c presenta concentraciones altas y bajas, el sector j posee concentraciones solo en el rango bajo y el sector O & N tiene muestras con concentraciones de todos los rangos, desde los 9 ppm hasta los 140 ppm. Este estudio complementó los resultados de las concentraciones de fosfatos con la densidad de cerámica encontrada en el lugar para determinar la actividad humana, así que, si nos basamos en este criterio, las muestras analizadas del sitio arqueológico La Corona se encuentran en el rango intermedio de concentración, indicando altas probabilidades de actividad humana (Parnell et al., 2001).

C. Validación y adaptación del kit de campo para fosfatos

Investigaciones anteriores de sitios arqueológicos, tanto como en Piedras Negras como en La Corona, muestran un rango muy amplio de concentraciones de fosfatos que se pueden determinar en el suelo, por lo que se buscó un método con una escala colorimétrica semicuantitativa capaz de abarcar la mayor cantidad de resultados posibles. Debido a esto se modificó el procedimiento de extracción de fosfatos. El primer paso fue modificar la proporción entre la cantidad de muestra y la cantidad de solución extractora, ya que se buscaba diluir lo menos posible la muestra, por lo que se llegó a una proporción 1:5, utilizando 5 gramos de muestra y 25 ml de solución extractora.

Otra modificación realizada fue la del tiempo y modo de agitación, reduciendo el tiempo a 20 minutos de agitación de forma manual. Finalmente, la última modificación realizada fue la eliminación del proceso de filtrado, ya que al no utilizar un equipo UV-Vis para hacer las lecturas, la turbidez de la solución no se vuelve una fuente de error de los resultados. Las modificaciones permiten reducir el tiempo de análisis de una muestra considerablemente, ya que con el método analítico tomaba alrededor de 1 hora para analizar la muestra, mientras que, con el nuevo método de campo, toma alrededor de 35 a 40 minutos en analizarlas.

Para validar el método, se realizó una prueba de aciertos y desaciertos de 30 muestras aleatorias y 4 grupos control de matriz estuco con concentraciones de fosfatos de 115 ppm, 240 ppm, 500 ppm y 1100 ppm. Todas se realizaron en triplicado y se compararon los valores obtenidos con el método analítico para ver si el rango de color indicado por las tiras reactivas corresponde al rango real. Los resultados se presentan a continuación en el Cuadro No.4.

El Cuadro No.4 indica que se obtuvo un total de 30 aciertos de 34 muestras analizadas, lo cual representa el 88.2% de la población analizada, lo cual indica una exactitud aceptable. Los desaciertos obtenidos se deben a errores procedimentales debido a que se contaminaron las tiras reactivas durante el análisis.

Tomando en cuenta las modificaciones realizadas y todos materiales utilizados, para armar el kit de campo se necesitan los siguientes reactivos: solución de bicarbonato de sodio 0.5 M ajustada con hidróxido de sodio para un pH de 8.5, ácido sulfúrico 3M y el test de fosfatos con tiras reactivas. En cuanto al equipo necesario, se necesita una balanza con resolución de un gramo, una espátula analítica, bolsas herméticas, frascos para muestras líquidas de 100 ml con tapadera, probetas de 25 ml y pipetas Pasteur de 2 ml. Teniendo estos materiales, es posible montar el método en el campamento y analizar más rápido las muestras para encontrar presencia de fosfatos en el suelo.

Cuadro No.5 – Aciertos y desaciertos de las metodologías desarrolladas

Muestra	[PO ₄ ³⁻] ppm (Método analítico)	Rango esperado (ppm)	Rango experimental (ppm)	Acierto (✓) /Desacierto (X)	Color observado
Control 1	115	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
Control 2	240	25-50	25-50	✓	Verde pálido/ Verde prado
Control 3	500	50-100	50-100	✓	Verde prado/ Gris verdoso
Control 4	850	100-250	100-250	✓	Gris verdoso / Azul pastel
CR164C-2- 2-3 (7)	70.0	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-2- 2-3 (1)	72.8	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-2- 2-3 (6)	103	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-2- 2-3 (4)	74.5	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-2- 1-1 (1)	84.3	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-1- 2-3 (1)	88.6	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-1- 2-3 (2)	101	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-1- 2-4 (1)	64.1	10-25	100-250	X	Verde claro/Azul
CR164C-5- 2-2 (1)	75.5	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-5- 2-2 (2)	89.3	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-5- 2-2 (3)	95.0	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-6- 1-1 (1)	89.4	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-6- 1-1 (2)	61.2	10-25	100-250	X	Verde claro/Azul
CR164C-6- 2-2 (2)	77.2	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-6- 2-2 (3)	90.1	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-6- 2-2 (4)	69.9	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-9- 2-2 (1)	99.3	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-8- 2-2 (2)	74.5	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-8- 2-2 (3)	94.4	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-9- 2-2 (2)	80.6	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido

Muestra	[PO₄³⁻] ppm (Método analítico)	Rango esperado (ppm)	Rango experimental (ppm)	Acierto (✓) /Desacierto (X)	Color observado
CR164C-9- 2-2 (3)	69.7	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-9- 2-2 (4)	76.3	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C-9- 2-2 (5)	77.5	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C- 10-2-2 (2)	103.4	10-25	100-250	X	Verde claro/Azul
CR164C- 10-2-2 (3)	69.4	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C- 11-2-2 (3)	77.2	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR164C- 11-2-2 (4)	90.4	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR152C-1- 2-2	93.7	10-25	100-250	X	Verde claro/Azul
CR152C-1- 2-2	85.5	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido
CR152C-3- 3-3	96.7	10-25	10-25	✓	Amarillo pálido/ Verde pálido

El cuadro de resultados muestra los valores obtenidos de la escala colorimétrica luego de un análisis en triplicado de las muestras.

VII. CONCLUSIONES

Se verificó el método analítico para la determinación de fosfatos en suelos hechos de estuco, estableciendo diferentes parámetros de acuerdo a los criterios analíticos. El método posee un porcentaje de recuperación del 88.7%, una desviación estándar de 0.0286, límites de detección y cuantificación de 0.101 ppm PO_4^{3-} y 0.336 ppm PO_4^{3-} respectivamente, un rango dinámico de 3.93 ppm PO_4^{3-} y un límite de linealidad de 4.26 ppm PO_4^{3-} . Con este método se pudo estudiar 50 muestras distintas de la suboperación CR164C de la estructura 14S-10 ubicado en la plaza 2 del Grupo 14S-1.

El 100 % de las muestras analizadas en triplicado poseen valores relativamente homogéneos, y debido a que los coeficientes de variación son menores al 5%, la media de las concentraciones de cada muestra se considera representativa y confiable. Mismo valor indica que el método desarrollado si es reproducible.

El contexto histórico del sitio y las evidencias arqueológicas encontradas en el sitio de estudio, junto con las concentraciones de fosfatos, indican que las muestras pertenecen a una estructura elevada y con varias terrazas, utilizada por la élite de ese entonces para llevar a cabo diferentes actividades como zona de desechos o como depósito ritual.

Se validó un método de campo con una escala colorimétrica semicuantitativa para el método de Murphy y Riley para la determinación de concentración de fosfatos, que permite la detección de diferencias de concentraciones de 120, 250 y 350 ppm.

Con el kit de campo se redujo el tiempo de análisis de las muestras, ya que con el método analítico tradicional tomaba aproximadamente una hora en analizar una muestra, mientras que con el método de campo se requieren aproximadamente 35 a 40 minutos.

Se desarrolló un método de campo económico para poder analizar fosfatos en matriz de estuco, teniendo este un costo por muestra de Q14.45, que es más económico que el método tradicional que utiliza un espectrofotómetro UV-Vis y que puede llegar a tener un costo desde Q150.00.

VIII. RECOMENDACIONES

Proponer una nueva metodología de extracción de fosfatos que sirva para diferentes matrices con distintas propiedades, que permita analizar diferentes tipos de muestras sólidas que requieran este tipo de estudio.

Desarrollar una nueva escala colorimétrica semicuantitativa que sea más sensible a las diferencias de concentraciones de fosfatos, para que los nuevos resultados puedan ser más precisos.

Realizar un mapa de concentraciones de fosfatos en la zona que permita una mejor visualización de la distribución del fósforo en el sitio arqueológico.

IX. BIBLIOGRAFÍA

- Aristizábal, E., Valencia, Y., Guerra, A., Vélez, M., & Echeverría, O. (2011). CARACTERIZACIÓN GEOTÉCNICA DE PERFILES DE METEORIZACIONDESARROLLADOS SOBRE ROCAS ÍGNEAS EN AMBIENTES TROPICALES. *BOLETÍN DE CIENCIAS DE LA TIERRA*, 30, 47–60. <http://www.scielo.org.co/pdf/bcdt/n30/n30a09.pdf>
- Cai, T. T., Yost, R. S., & Olsen, T. W. (1994). Potential errors in the use of the Murphy and Riley method for determination of phosphorus in soil extracts. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 25(19–20), 3129–3146. <https://doi.org/10.1080/00103629409369253>
- Canuto, Marcello A., & Barrientos Q., Tomás. (2011). La Corona: un acercamiento a las políticas del reino Kaan desde un centro secundario del noroeste del Petén. *Estudios de cultura maya*, 37, 11-43. Recuperado en 04 de junio de 2022, de http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0185-25742011000100001&lng=es&tlng=es.
- García Galvis, Johnbryner, & Ballesteros, María Inés. (2006). EVALUACIÓN DE LOS PARAMETROS DE CALIDAD PARA LA DETERMINACIÓN DE FOSFORO DISPONIBLE EN SUELOS. *Revista Colombiana de Química*, 35(1), 81-89. Retrieved June 04, 2022, from http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0120-28042006000100008&lng=en&tlng=es.
- Grains Research and Development Corporation. (2009, 18 febrero). *THE SCIENCE OF PHOSPHORUS NUTRITION: FORMS IN THE SOIL, PLANT UPTAKE, AND PLANT RESPONSE*. Recuperado 4 de junio de 2022, de <https://grdc.com.au/resources-and-publications/grdc-update-papers/tab-content/grdc-update-papers/2009/02/the-science-of-phosphorus-nutrition-forms-in-the-soil-plant-uptake-and-plant-response>
- Guirao, D. (2015, 16 febrero). *Técnicas más usadas en Arqueometría* | arqueometria.com. Arqueometría. Recuperado 23 de mayo de 2022, de <http://arqueometria.com/tecnicas-mas-usadas-en-arqueometria/>

- Instituto Nacional de Antropología e Historia. (2022, 11 marzo). *Zona Arqueológica de Calakmul*. Recuperado 3 de junio de 2022, de <https://www.inah.gob.mx/zonas/62-zona-arqueologica-de-calakmul>
- K+S Minerals and Agriculture. (s. f.). *Fósforo*. K+S Minerals and Agriculture GmbH. Recuperado 4 de junio de 2022, de http://www.ks-minerals-and-agriculture.com/eses/fertiliser/advisory_service/nutrients/phosphorus.html#:~:text=Influencia%20del%20valor%20del%20pH,de%20la%20fijaci%C3%B3n%20del%20f%C3%B3sforo.
- Lamoureux-St-Hilaire, M., Canuto, M. A., Wells, E. C., Cagnato, C., & Barrientos, T. (2019). Ancillary economic activities in a Classic Maya regal palace: A multiproxy approach. *Geoarchaeology*, 34(6), 768–782. <https://doi.org/10.1002/gea.21750>
- Mehlich, A. (1984). Mehlich 3 Soil Test Extractant: a modification of Mehlich 2 extractant. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 15(12), 1409-1416. <https://doi.org/10.1080/00103628409367568>
- Mejía Pérez Campos, E., & Barba Pingarrón, L. A. (1988). El análisis de fosfatos en la arqueología. Historia y perspectivas. In *Anales de Antropología* (Vol. 25, No. 1).
- Mettler-Toledo International Inc. (2022, 6 enero). *Conjunto de herramientas de ciencias de la vida para la espectroscopia UV/VIS*. Recuperado 11 de julio de 2022, de <https://www.mt.com/mx/es/home/library/guides/laboratory-division/life-science/uvvis-toolbox-for-life-sciences.html>
- Mixquititla, G., & Villegas, O. (2016). Importancia de los fosfatos y fosfitos en la nutrición de cultivos. *Acta Agrícola y Pecuaria*, 2(3), 55–61. <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=6201359>
- Molina, R. (2014). Arqueometría en México. *REVISTA DE DIVULGACIÓN CIENTÍFICA Y TECNOLÓGICA DE LA UNIVERSIDAD VERACRUZANA*, 27(1). <https://www.uv.mx/cienciahombre/revistae/vol27num1/articulos/arqueometria-en-mexico.html>
- Montero Ruiz, I., García Heras, M., & López-Romero, E. (2007). Archaeometry: changes and current trends. *Trabajos de Prehistoria*, 64(1), 24–30. <https://doi.org/10.3989/tp.2007.v64.i1.92>

- Munera, G., & Meza, D. (2012). EL FOSFORO ELEMENTO INDISPENSABLE PARA LA VIDA VEGETAL. *Programa de Tecnología Química*.
<https://repositorio.utp.edu.co/server/api/core/bitstreams/7377066a-bac4-4402-a306-eb45caa49d1c/content>
- Muñoz, O. I., & Cruz, Z. J. (2005). El aporte de la química en estudios arqueológicos: el Pukara de San Lorenzo, Valle de Azapa, norte de Chile. *Idesia (arica)*, 23(3), 21-29.
<https://biblat.unam.mx/es/revista/idesia-arica/articulo/el-aporte-de-la-quimica-en-estudios-arqueologicos-el-pukara-de-san-lorenzo-valle-de-azapa-norte-de-chile>
- NUPEX. (s. f.). *Métodos de Datación en Arte y Arqueología*. Nuclear Physics Experience. Recuperado 14 de abril de 2022, de <http://www.nupecc.org/NUPEX/index.php?g=textcontent/nuclearapplications/datingartarch&lang=es#:~:text=Entre%20las%20t%C3%A9cnicas%20m%C3%A1s%20conocidas,y%20dataci%C3%B3n%20por%20potasio%20d%C3%B3n.&text=El%20carbono%20es%20el%20elemento,la%20vida%20en%20la%20tierra>
- Ortiz, Gabriela (2003). LA APLICACIÓN DE ANÁLISIS QUÍMICOS PARA LA INTERPRETACIÓN DE AREAS DE ACTIVIDAD EN LA REGIÓN SUBANDINA DE JUJUY. Cuadernos de la Facultad de Humanidades y Ciencias Sociales - Universidad Nacional de Jujuy, (20),291-321. [fecha de Consulta 23 de mayo de 2022]. ISSN: 0327-1471. Disponible en: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=18502014>
- Parnell, J. J., Terry, R. E., & Golden, C. J. (2001). Using in-field phosphate testing to rapidly identify middens at Piedras Negras, Guatemala. *Geoarchaeology*, 16(8), 855-873.
<https://doi.org/10.1002/gea.1024>
- Pingarrón, L. B., Butrón, A. O., & Pecci, A. (2014, January). Los residuos químicos. Indicadores arqueológicos para entender la producción, preparación, consumo y almacenamiento de alimentos en Mesoamérica. In *Anales de Antropología* (Vol. 48, No. 1, pp. 201-240). No longer published by Elsevier.
- Ramírez Builes, Victor. (2009). LAS ARCILLAS ALÓFANAS Y SU RELACIÓN CON LAS PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DEL SUELO. 7. 30-38.

- Ramírez, A. (2014, 22 agosto). Sitio La Corona, Petén, definió poder en ruta maya. *Prensa Libre*. Recuperado 24 de mayo de 2022, de <https://www.prensalibre.com/guatemala/corona-definio-poder-ruta-maya-0-617338286/>
- Redacción Arcus Global. (2020, 4 junio). Arquitectura Maya, compleja y ancestral. Arcus Global. Recuperado 14 de julio de 2022, de <https://www.arcus-global.com/wp/arquitectura-maya-compleja-y-ancestral/#:~:text=El%20Estuco%20era%20hecho%20con,que%20no%20hay%20que%20cocer.>
- Sanguino, L. (1961). INFLUENCIA DEL pH SOBRE LA FIJACION DE FOSFORO Y SU RELACION CON LA RESPUESTA DEL MAIZ A LA FERTILIZACION FOSFATADA (*). *Acta Agronómica*, 11(3), 188–209. https://revistas.unal.edu.co/index.php/acta_agronomica/article/view/48957
- Sanzano, A. (2019). El fosforo del suelo. *Cátedra de Edafología*, 1–4. <https://www.edafologia.org/>
- Schreiner, T. (1998). Fabricación de cal en Mesoamérica: Implicaciones para los Mayas del Preclásico en Nakbe, Petén. *Simposio de investigaciones arqueológicas en Guatemala*, 1, 405-418.
- SCIUTI, S.; PLACENTINI, M.; CARRÁ, S. Foreword - Comitato Scientifico. En: CONVEGNO INTERNAZIONALE ARCHAEOMETRY IN EUROPE IN THE THIRD MILLENNIUM, 2001, Roma. Roma: Accademia Nazionale dei Lincei, 2002. p. 6.
- Silva Rossi, M. M., Rollán, A. A., & Bachmeier, O. A. (2006). Biodisponibilidad de fósforo en un suelo del sur de Santa Fe (Argentina): Efectos de dos fuentes fosfatadas y sus mezclas con urea. *Agriscientia*, 23(2), 91-97.
- Tapia-Torres, Yunuen, & García-Oliva, Felipe. (2013). La disponibilidad del fósforo es producto de la actividad bacteriana en el suelo en ecosistemas oligotróficos: Una revisión crítica. *Terra Latinoamericana*, 31(3), 231-242. Recuperado en 04 de junio de 2022, de [http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0187-57792013000400231&lng=es&tlng=es.](http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0187-57792013000400231&lng=es&tlng=es)

United Nations Office on Drugs and Crime [UNODC]. (2010). *Directrices para la validación de métodos analíticos y la calibración del equipo utilizado para el análisis de drogas ilícitas en materiales incautados y especímenes biológicos* (Vol. 1).

https://www.unodc.org/documents/scientific/Validation_Manual_STNAR41_Ebook_S.pdf

Universidad de Alicante. (2022, 20 junio). *ESPECTROSCOPIA ULTRAVIOLETA VISIBLE*.

Servicios Técnicos de Investigación. Recuperado 11 de julio de 2022, de

<https://ssti.ua.es/es/instrumentacion-cientifica/unidad-de-rayos-x-de-monocristal-y-espectroscopias-vibracional-y-optica/espectroscopia-ultravioleta-visible.html>

University of California Museum of Paleontology. (2020, 11 septiembre). *Uplift / sinking of land*.

Understanding Global Change. Recuperado 3 de junio de 2022, de

<https://ugc.berkeley.edu/background-content/uplift-sinking-of-land/>

Vazquez, S., Morales, L. A., & Dalurzo, H. C. (2004). DISPONIBILIDAD DEL FÓSFORO EN SUELOS ÁCIDOS DE MISIONES, ARGENTINA. *Agricultura Técnica*, 64(1).

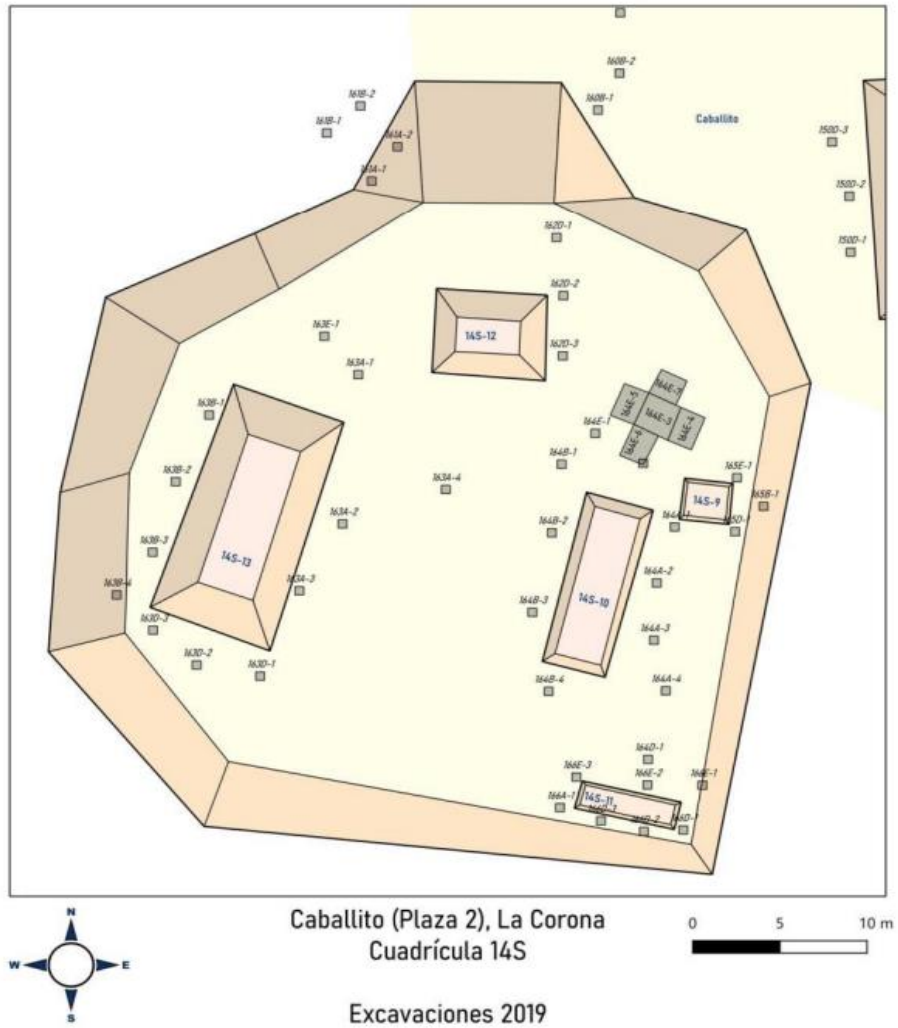
<https://doi.org/10.4067/s0365-28072004000100006>

Zalba, P., Bravo, O., Amiotti, N., & Peinemann, N. (2002). *MÉTODOS ALTERNATIVOS PARA*

DETERMINAR LAS DISPONIBILIDADES DE FOSFORO EN SUELOS AGRICOLAS [Trabajo de Investigación]. Universidad Nacional del Sur.

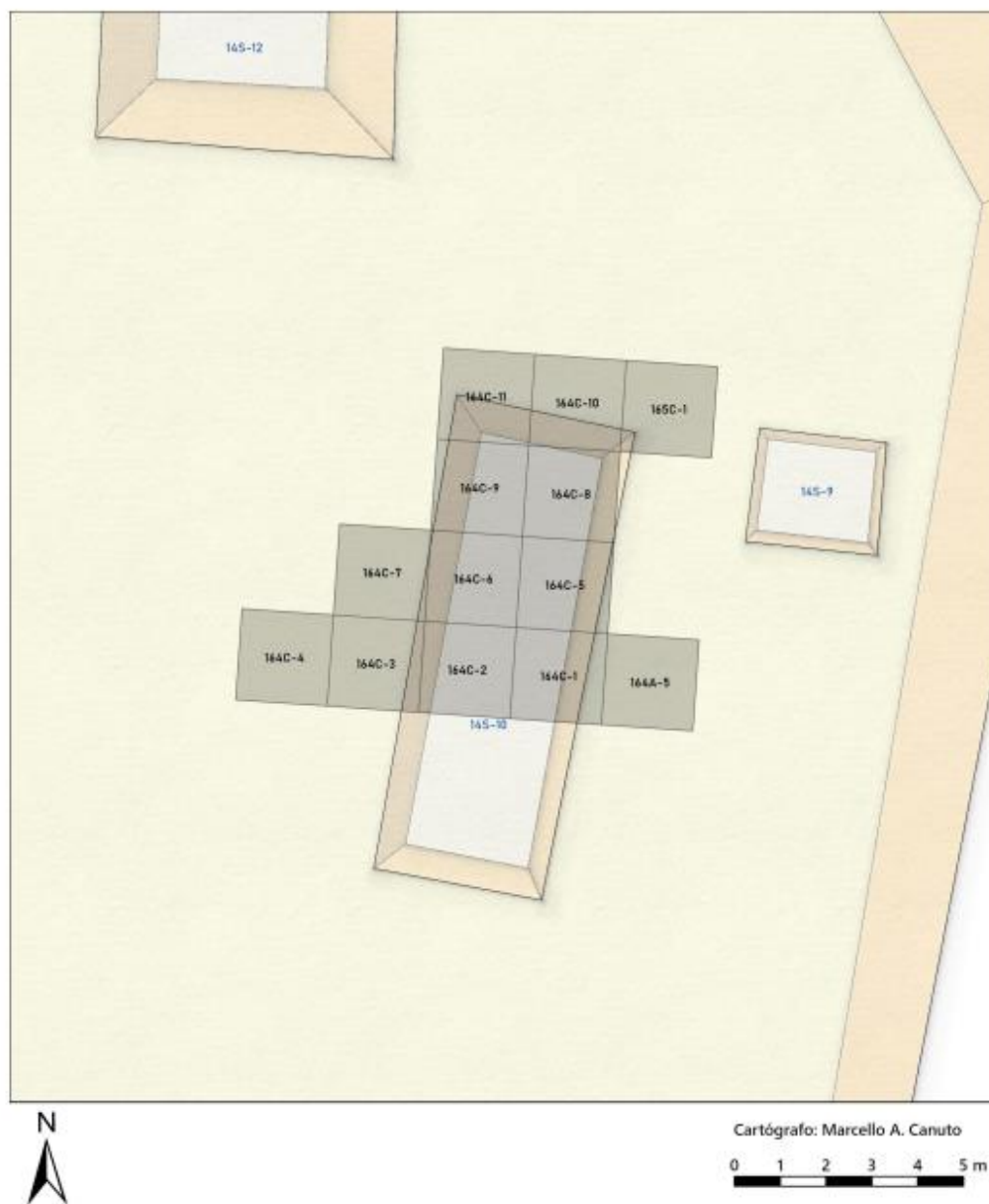
X. ANEXOS

Figura No.2 – Mapa de la plaza 2 del grupo “Caballito”



(Imagen por M. Canuto, recuperado de Ponce 2020)

Figura No.3 – Mapa del área de excavación del proyecto “El Caballito” de la temporada 2022



(Elaborado por M. Canuto)

Figura No.4 – Muestras de estuco del sitio arqueológico La Corona



Figura No.5 – Muestras de estuco analizadas por el método analítico

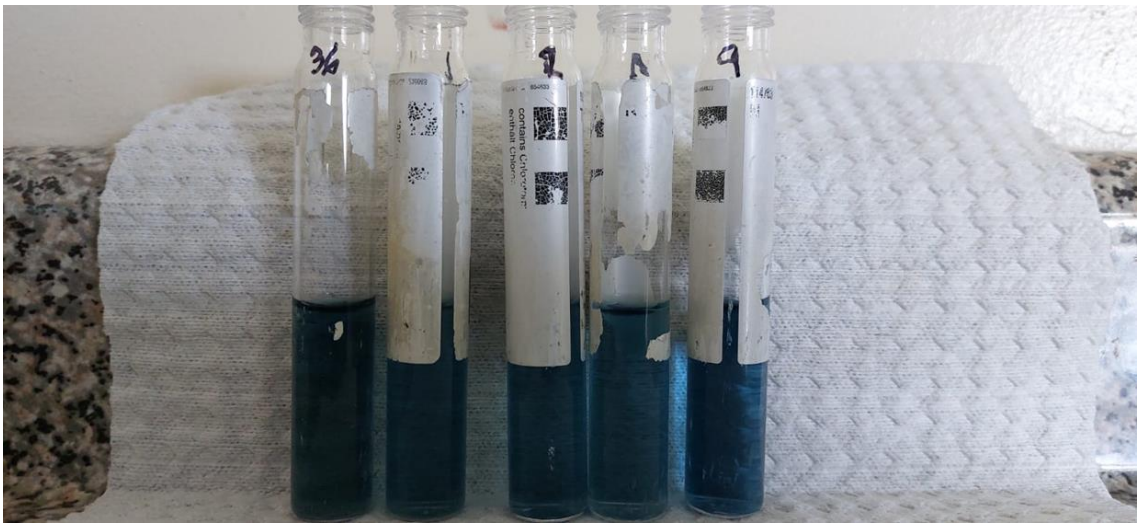


Figura No.6 – Muestra analizada con el kit de campo en el rango 10-25 ppm

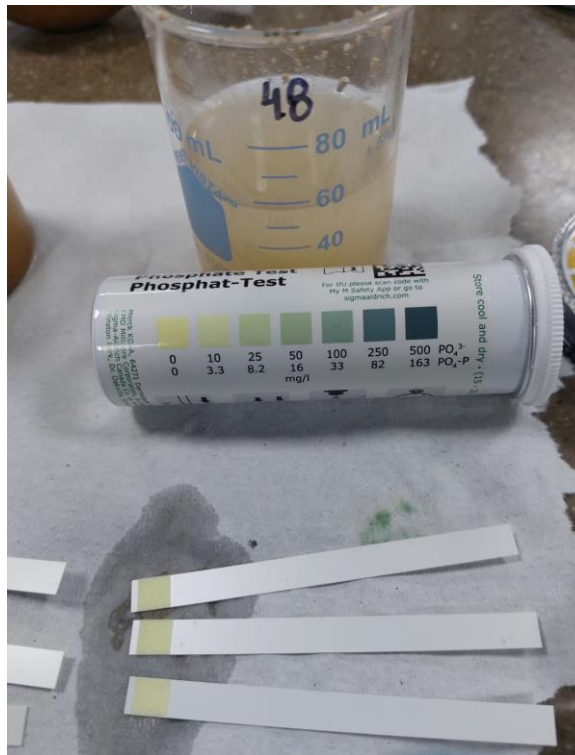


Figura No.7 – Muestra analizada con el kit de campo en el rango de 25-50 ppm



Figura No.8 - Muestra analizada con el kit de campo en el rango de 50-100 ppm

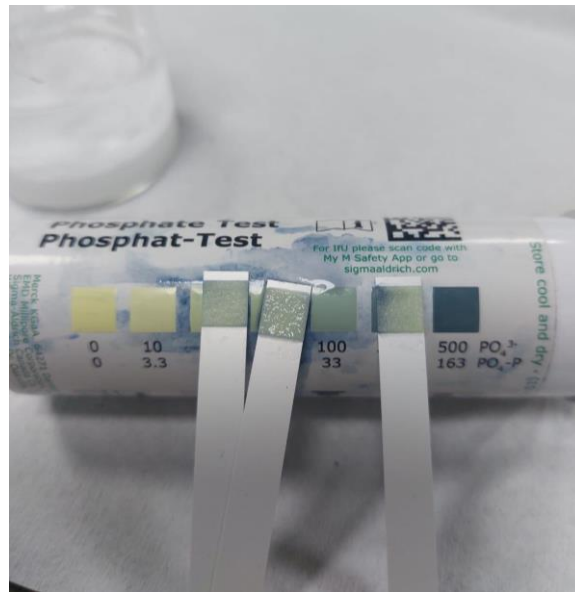


Figura No.9 – Muestra analizada con el kit de campo en el rango de 100-250 ppm

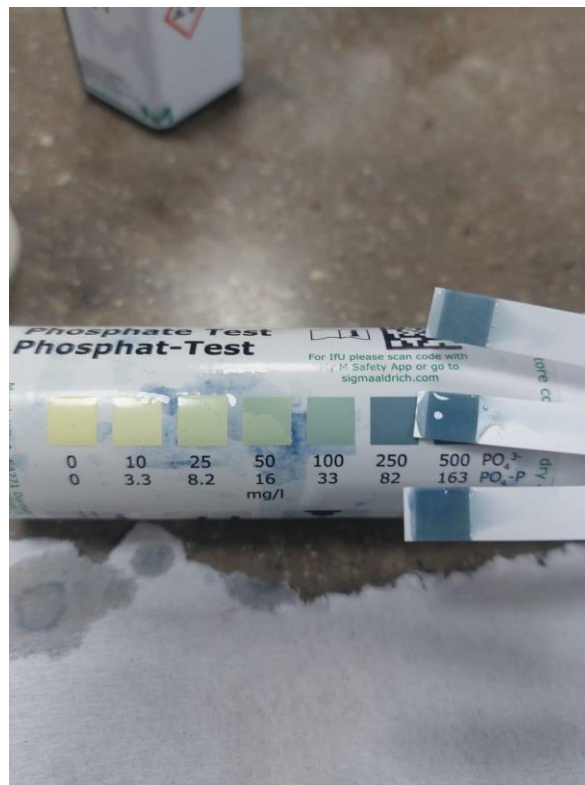
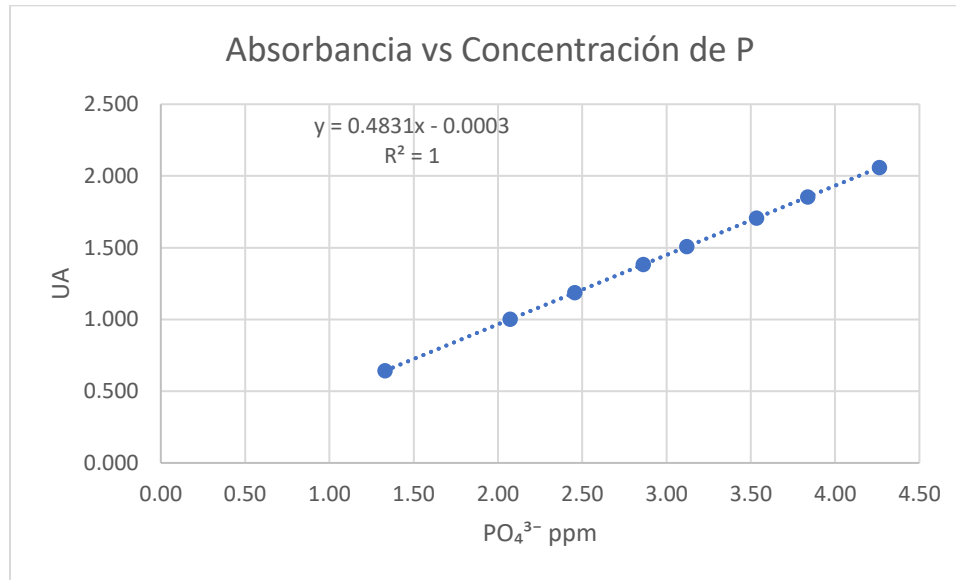


Figura No.10 – Rango lineal de trabajo para el método analítico de determinación de fosfatos



Cuadro No.6 – Datos originales de las muestras de estuco diluidas y analizadas en triplicado

Muestra	[PO ₄ ³⁻] ppm - Lectura 1	[PO ₄ ³⁻] ppm - Lectura 2	[PO ₄ ³⁻] ppm - Lectura 3	[PO ₄ ³⁻] ppm - Promedio	Desviación Estándar ppm
CR164C-2- 2-3 (7)	1.36	1.37	1.39	1.37	0.0131
CR164C-2- 2-3 (1)	1.43	1.41	1.44	1.43	0.0123
CR164C-2- 2-3 (2)	1.30	1.32	1.31	1.31	0.00707
CR164C-2- 2-3 (6)	2.02	2.02	2.01	2.02	0.00506
CR164C- 2-1-1 (5)	1.34	1.35	1.38	1.36	0.0180
CR164C- 2-1-1 (4)	1.44	1.46	1.50	1.47	0.0262
CR164C- 2-2-3 (5)	1.12	1.14	1.13	1.13	0.00707
CR164C-2- 2-3 (4)	1.45	1.46	1.47	1.46	0.00837
CR164C- 2-2-3 (3)	1.59	1.60	1.60	1.60	0.00435
CR164C-2- 1-1 (1)	1.63	1.66	1.67	1.65	0.0165
CR164C- 2-1-1 (2)	1.59	1.59	1.61	1.60	0.0101
CR164C- 2-1-1 (3)	1.62	1.63	1.64	1.63	0.00837

Muestra	[PO ₄ ³⁻] ppm - Lectura 1	[PO ₄ ³⁻] ppm - Lectura 2	[PO ₄ ³⁻] ppm - Lectura 3	[PO ₄ ³⁻] ppm Promedio	Desviación Estándar ppm
CR164C-1- 2-3 (1)	1.73	1.73	1.75	1.74	0.0101
CR164C-1- 2-3 (2)	1.97	1.98	1.99	1.98	0.00837
CR164C- 1-2-3 (3)	1.98	1.99	1.99	1.99	0.00435
CR164C-1- 2-4 (1)	1.25	1.25	1.27	1.26	0.0101
CR164C- 1-2-4 (2)	1.46	1.47	1.49	1.47	0.0131
CR164C-5- 2-2 (1)	1.46	1.48	1.50	1.48	0.0167
CR164C-5- 2-2 (2)	1.76	1.74	1.75	1.75	0.00707
CR164C-5- 2-2 (3)	1.86	1.86	1.87	1.86	0.00506
CR164C-6- 1-1 (1)	1.76	1.75	1.75	1.75	0.00435
CR164C-6- 1-1 (2)	1.19	1.20	1.21	1.20	0.00837
CR164C- 6-1-1 (3)	1.43	1.44	1.47	1.45	0.0180
CR164C- 6-1-1 (4)	1.14	1.17	1.15	1.15	0.0109
CR164C- 6-1-1 (5)	1.15	1.14	1.15	1.15	0.00435
CR164C- 6-2-2 (1)	1.75	1.75	1.77	1.76	0.0101
CR164C-6- 2-2 (2)	1.49	1.52	1.53	1.51	0.0165
CR164C-6- 2-2 (3)	1.75	1.76	1.79	1.77	0.0180
CR164C-6- 2-2 (4)	1.36	1.37	1.38	1.37	0.00837
CR164C- 6-2-2 (5)	1.93	1.95	1.95	1.94	0.00869
CR164C- 6-2-2 (6)	1.73	1.75	1.75	1.74	0.00869
CR164C- 6-2-2 (7)	2.05	2.07	2.06	2.06	0.00707
CR164C-9- 2-2 (1)	1.94	1.95	1.95	1.95	0.00435
CR164C- 8-2-2 (1)	1.30	1.32	1.33	1.32	0.0123

Muestra	[PO ₄ ³⁻] ppm - Lectura 1	[PO ₄ ³⁻] ppm - Lectura 2	[PO ₄ ³⁻] ppm - Lectura 3	[PO ₄ ³⁻] ppm Promedio	Desviación Estándar ppm
CR164C-8- 2-2 (2)	1.45	1.46	1.47	1.46	0.00837
CR164C-8- 2-2 (3)	1.84	1.85	1.86	1.85	0.00837
CR164C-9- 2-2 (2)	1.57	1.58	1.59	1.58	0.00837
CR164C-9- 2-2 (3)	1.36	1.37	1.37	1.37	0.00435
CR164C-9- 2-2 (4)	1.49	1.50	1.50	1.50	0.00435
CR164C-9- 2-2 (5)	1.51	1.52	1.53	1.52	0.00837
CR164C- 10-2-2 (1)	1.64	1.64	1.66	1.65	0.0101
CR164C- 10-2-2 (2)	2.02	2.03	2.03	2.03	0.00435
CR164C- 10-2-2 (3)	1.35	1.36	1.37	1.36	0.00837
CR164C- 11-2-2 (1)	1.63	1.64	1.66	1.64	0.0131
CR164C- 11-2-2 (2)	2.12	2.12	2.13	2.12	0.00506
CR164C- 11-2-2 (3)	1.51	1.51	1.52	1.51	0.00506
CR164C- 11-2-2 (4)	1.77	1.77	1.78	1.77	0.00506
CR152C-1- 2-2	1.82	1.84	1.85	1.84	0.0123
CR152C-1- 2-2	1.66	1.68	1.69	1.68	0.0123
CR152C-3- 3-3	1.88	1.90	1.91	1.90	0.0123

Cuadro No.7 – Detalles del costo del análisis con el kit de campo para una muestra

Artículo	Cantidad por muestra	Precio (Q)	Cantidad mínima de compra	Precio por unidad	Precio
Agua desmineralizada	29 ml	Q19.00	5000 mililitros	Q0.00380	Q0.11
Bicarbonato de Sodio	1.05 gramos	Q117.13	500 gramos	Q0.234	Q0.25
Ácido Sulfúrico concentrado	0.269 mililitros	Q138.42	1000 mililitros	Q0.138	Q0.04
Hidróxido de Sodio	0.12 gramos	Q169.83	500 gramos	Q0.340	Q0.04
Kit de fosfatos en tiras	1 tira	Q1,076.32	100 tiras	Q10.8	Q10.76
Frascos para muestras líquidas	1 frasco	Q162.50	50 frascos	Q3.25	Q3.25
COSTO TOTAL					Q14.45

A. EQUIPO

1. Bolsas Ziploc
2. Espátulas analíticas
3. Horno de laboratorio
4. Estufa con agitador magnético
5. Agitador Vortex
6. Balanza analítica OHAUS modelo PIONEER, capacidad 210 g, resolución ± 0.0001
7. Espectrofotómetro UV-Vis Spectroquant Prove 300
8. Filtros de membrana Millipore con poros de 0.45 μm .
9. Bulbos para pipetas
10. Pinzas para cápsulas de porcelana

B. CRISTALERÍA

1. Matraz Kitasato
2. Embudo Büchner
3. Tubos de ensayo de 25 mL
4. Pipetas volumétricas de 1, 2, 5 y 10 mL
5. Pipetas serológicas de 1, 5 y 10 mL
6. Beakers de 50 y 100 mL

7. Capsulas de Porcelana
8. Micropipeta

C. REACTIVOS

1. Agua destilada
2. Kit de análisis de fosfatos marca Merck
3. Bicarbonato de Sodio grado reactivo
4. Ácido Sulfúrico concentrado
5. Hidróxido de Sodio

D. MATERIALES PARA EL KIT DE CAMPO

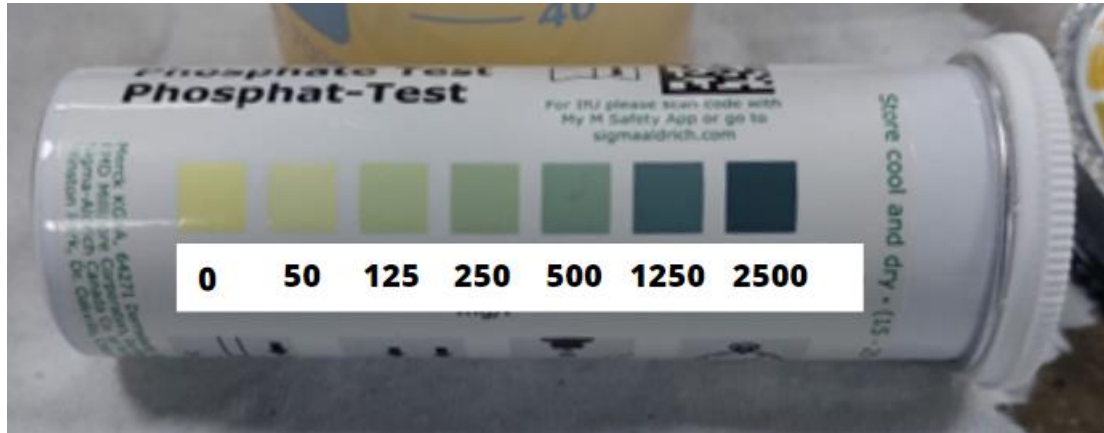
1. Agua Destilada
2. Kit de análisis de fosfatos con tiras colorimétricas marca Merck
3. Solución de Bicarbonato de Sodio 0.5 M con un pH de 8.5
4. Solución de Ácido Sulfúrico 3 M
5. Solución de Hidróxido de Sodio 1 M
6. Balanza con resolución de 1 gramo
7. Espátula analítica
8. Bolsas herméticas
9. Frascos para muestras líquidas de 100 mL con tapadera
10. Probetas de 25 mL
11. Pipetas Pasteur de 2 mL

E. METODOLOGÍA PARA EL ANÁLISIS CON EL KIT DE CAMPO

1. De las muestras recolectadas, pesar 5 g y añadirla dentro del frasco de 100 mL
2. Con la probeta, servir 25 mL de la solución de bicarbonato de sodio y tapan el frasco
3. Agitar vigorosamente durante 20 minutos y después dejar que los sólidos se depositen al fondo durante 5 minutos.
4. Tomar una tira de ensayo e introducirla en la muestra preparada
5. Colocar una gota del reactivo PO₄-1 en la zona de reacción de la tira y esperar 1 minuto hasta que se dé el cambio de coloración.

6. Determinar el rango de concentración de fosfatos de la muestra diluida por medio de la escala colorimétrica
7. Realizar la conversión para obtener la concentración real en la muestra

Figura No.11 – Escala colorimétrica modificada



La nueva escala muestra los rangos de concentración de fosfatos (concentración en partes por millón) de suelo luego de aplicar el factor de dilución que se le aplica a la muestra analizada.

Cálculo No. 1 – Sensibilidad analítica

$$\text{Sensibilidad analítica} = \frac{\text{Sensibilidad de calibración}}{\text{Promedio Desv. Est.}} = \frac{0.853\text{ppm}}{0.023\text{ppm}} = 37.1\text{ppm}$$

El cálculo de la sensibilidad analítica se realiza por medio de la división de la sensibilidad de calibración (en este caso el valor corresponde a la pendiente de nuestra curva de calibración) entre el promedio de la desviación estándar de los controles.

Cálculo No.2 – Límite de detección

$$S_{\min} = \bar{X}_{\text{blanco}} + 3 \times s = 1.33\text{ppm} + 3(0.0286\text{ppm}) = 1.42\text{ppm}$$

$$LOD = \frac{1.42\text{ppm} - 1.33\text{ppm}}{0.853\text{ppm}} = 0.101 \text{ ppm}$$

El límite de detección se obtiene por la resta de la señal mínima promedio y la señal mínima del blanco, todo esto dividido por la sensibilidad de calibración.

Cálculo No.3 – Límite de cuantificación

$$S_{quant} = 1.33ppm + (10 * 0.0286ppm) = 1.62ppm$$

$$LOQ = \frac{1.62ppm - 1.33ppm}{0.853ppm} = 0.336 ppm$$

El límite de cuantificación se obtiene por la resta de la señal mínima promedio de cuantificación y la señal mínima del blanco, todo esto dividido por la sensibilidad de calibración.

Cálculo No.4 – Rango dinámico

$$Rango\ Dinámico = Lectura\ o\ concentración\ más\ alta\ detectada - límite\ de\ cuantificación$$

$$Rango\ dinámico = 4.26ppm - 0.336ppm = 3.93ppm$$

El límite de linealidad es únicamente determinado por la lectura más alta detectada, en este caso, sería 4.26ppm.

Cálculo No.5 – Coeficientes de variación

$$CV = \frac{\text{desviación estándar de la muestra}}{\text{promedio de concentraciones de la muestra}} * 100$$

$$\text{Para el estuco artificial 1: } CV = \frac{0.0130ppm}{2.07ppm} * 100 = 0.629ppm$$

De la misma forma se realizó el cálculo de los coeficientes de variación para los otros estucos artificiales fabricados en el laboratorio.

