



# SIPÁN



Splendor and Mystery of the  
Royal Tombs of the Mochica Culture

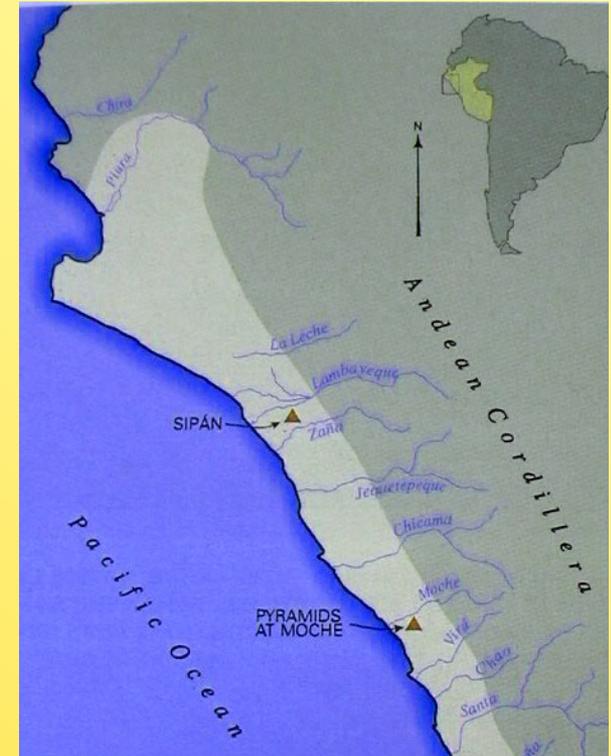
## PIXE, RBS and ICP-MS Analysis of a Moche Archeological Artifact

Manfredo H. Tabacniks  
Instituto de Física USP

- Erich Saettone
- José AS da Matta
- Ricardo M. O. Galvão
- José F. D. Chubaci
- Walter Alva (Museu Brüning, Peru)
- Márica CA Fantini
- Pedro Kiyohara

# A cultura Mochica

- Viveu no Vale Mocha, junto aos Andes, norte do Peru, 1 AC e 7 DC.
- Sociedade com grande desenvolvimento tecnológico, artístico e uma complexa organização.
- Inovaram na tecnologia e metalurgia, com extensivo uso de cobre para ornamentos, armas e ferramentas.
- Desenvolveram uma sofisticada técnica para douração do cobre por uma camada de ouro extremamente fina e homogênea.



Em 1987 com a descoberta da *Tumba Real de Sipán*, (Sipán = Templo da Lua) temos pela primeira vez um vislumbre do esplendor e grandiosidade de seus soberanos e podemos reconstruir a história dessa extraordinária cultura (Walter Alva, 2000).



Alva, W. Sipan, *Discovery and Research*, Lima: Quebecor Perú, 2000.

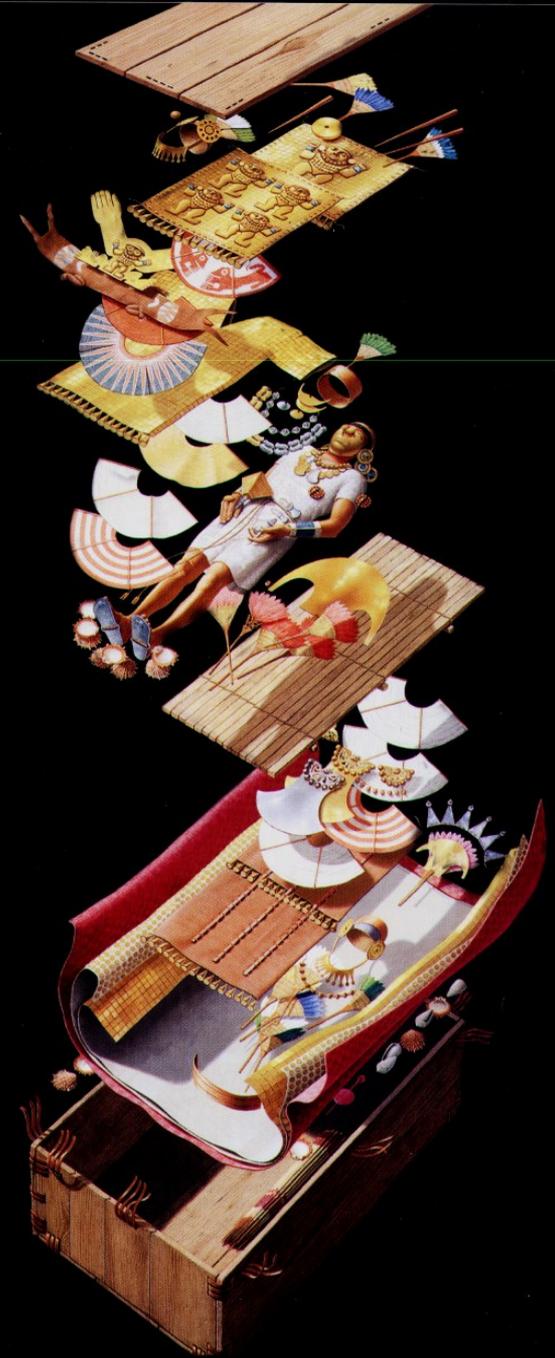


Alva, W. Sipan, *Discovery and Research*, Lima: Quebecor Perú, 2000.

# O funeral do Lorde de Sipán e 8 companheiros, 300DC.



# Câmara funerária





# Craftwork technology “sheet-metal work”

- **Electrochemical replacement plating**
- **Depletion gilding or silvering**

# ELECTROCHEMICAL REPLACEMENT PLATING

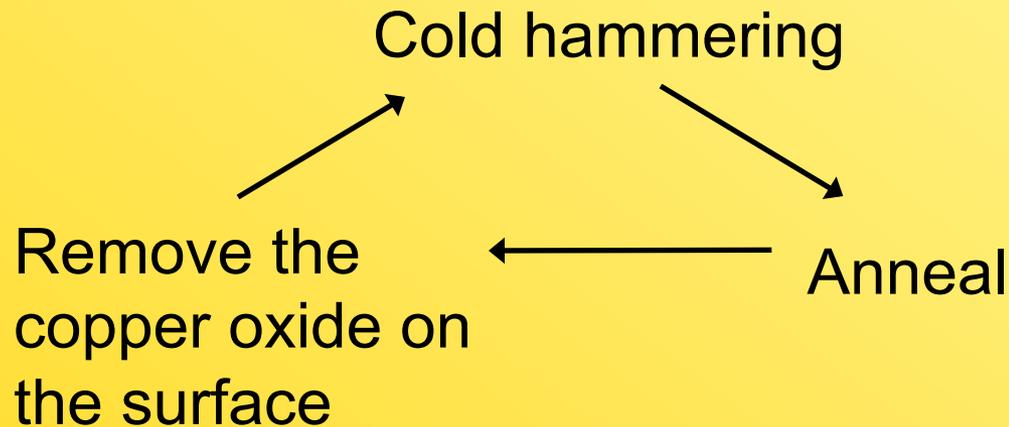
gold + water + Corrosive minerals  
 $\text{NaCl} + \text{KNO}_3 + \text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

Alkalize the solution to pH = 9

A fine gold coating can be formed on copper by dipping it in the solution for approximately 5 minutes. The golden film can be fixed by annealing it at 500 to 800 °C.

# DEPLETION GILDING

**TUMBAGA** = copper + silver + gold



Remove the silver on the surface using a corrosive mineral mixture



peça para análise



Chocalhos  
cencerros

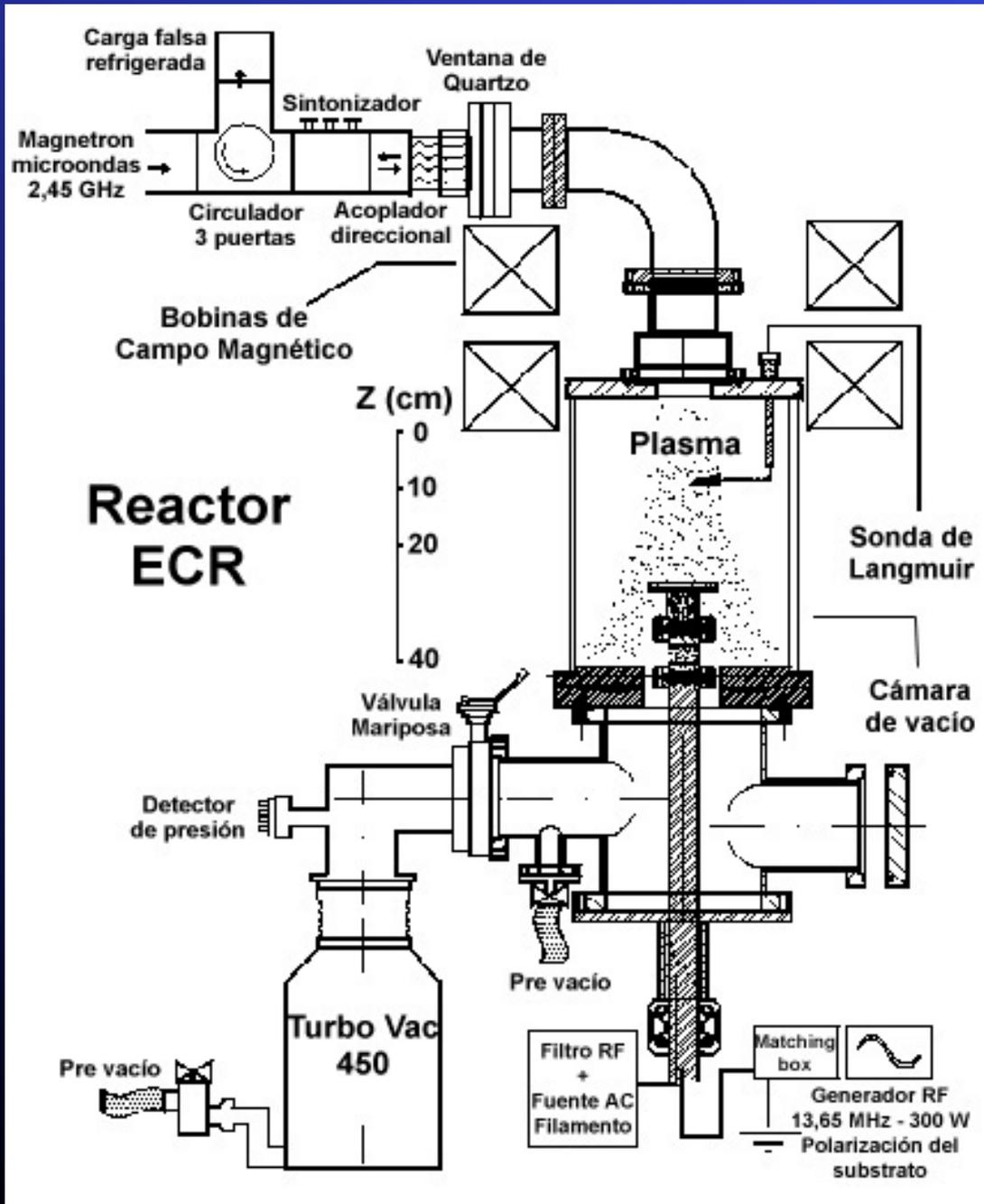


# LIMPEZA

**Pincel umedecido com acetona;**

- **Limpeza por desbaste atômico em reator de plasma ECR (*Electron-Cyclotron-Resonance*) em câmara de vácuo.**
- **Plasma de argônio,  $2 \times 10^{-5}$  mbar.**
- **Fonte RF 13,56Mz, 40W**

Laboratório de Física de Plasmas, IFUSP  
Erich Saettone, Prof. Ricardo M.O.Galvão



$e^-$  temperature = 12eV  
 $n_e = 5 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-3}$   
 plasma potential = 25 V  
 RF power = 40 W

# Resultado da limpeza por plasma



# Análise de Materiais por Feixe Iônico

Feixes (*haz*) de íons com ~2 MeV

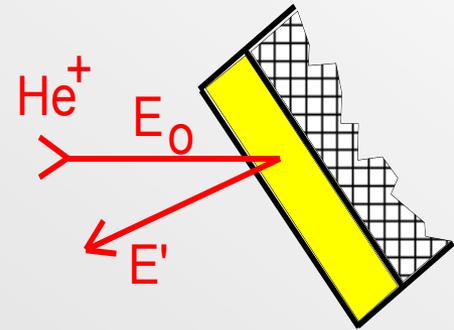
## RBS Rutherford Backscattering Spectrometry

Concentração absoluta (at/cm<sup>2</sup>) e perfil em profundidade

**Alcance (feixe com 2MeV): H<sup>+</sup> ~30μm, He<sup>+</sup> ~2μm**

Sensibilidade < 10<sup>12</sup> Au/cm<sup>2</sup>

Rápido (~10min)



## PIXE Particle Induced X-Ray Emission

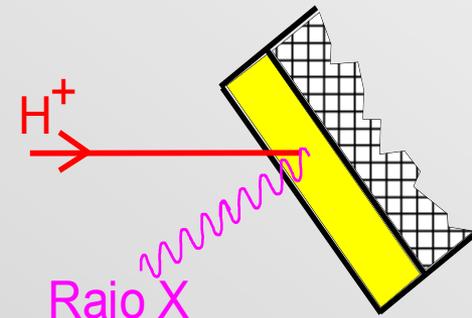
Concentração absoluta (at/cm<sup>2</sup>)

**Alcance (feixe com 2MeV): H<sup>+</sup> ~30μm**

Sensibilidade < 10<sup>12</sup> Au/cm<sup>2</sup> ou ~ppm *bulk*

Alta resolução para elementos vizinhos

Rápido (~10min)

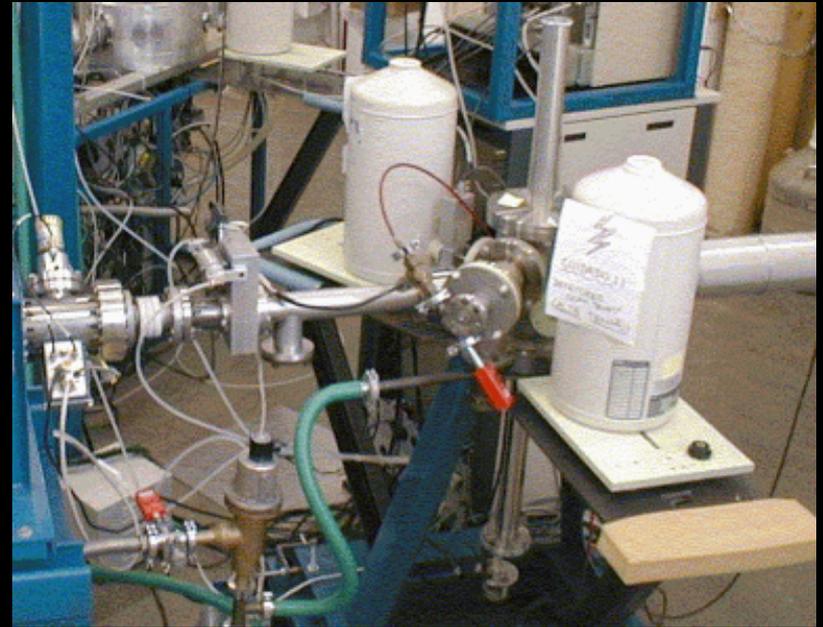


# LAMFI - Laboratório de Análise de Materiais com Feixes Iônicos



# PIXE

Particle Induced X-Ray Emission



# RBS

Rutherford Backscattering Spectrometry

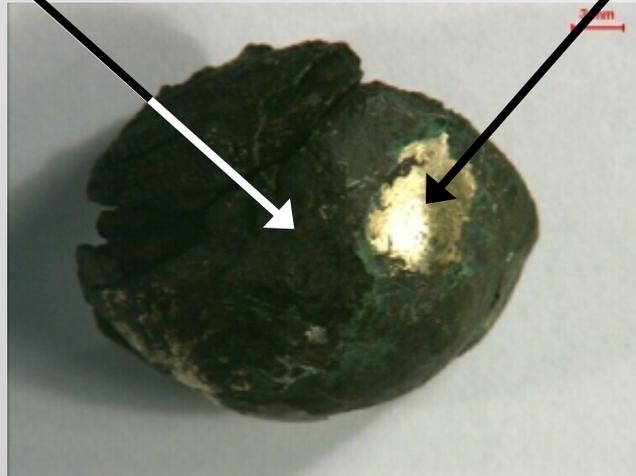
# Estratégia de Análise

Região negra  
2 amostras

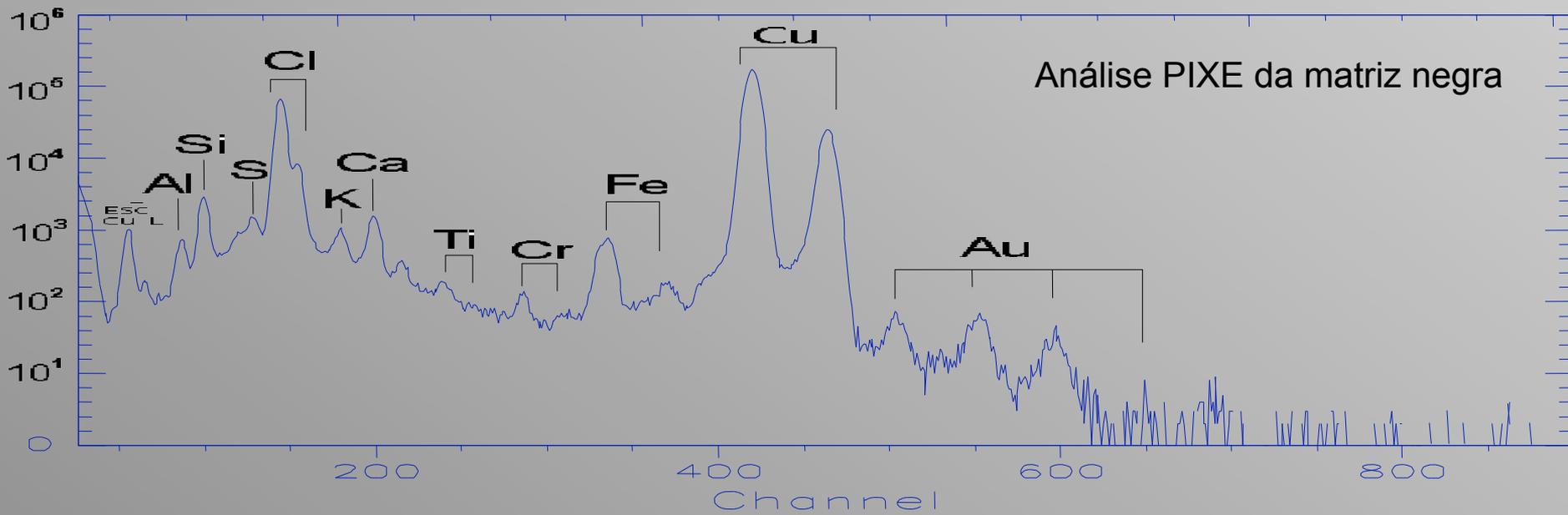
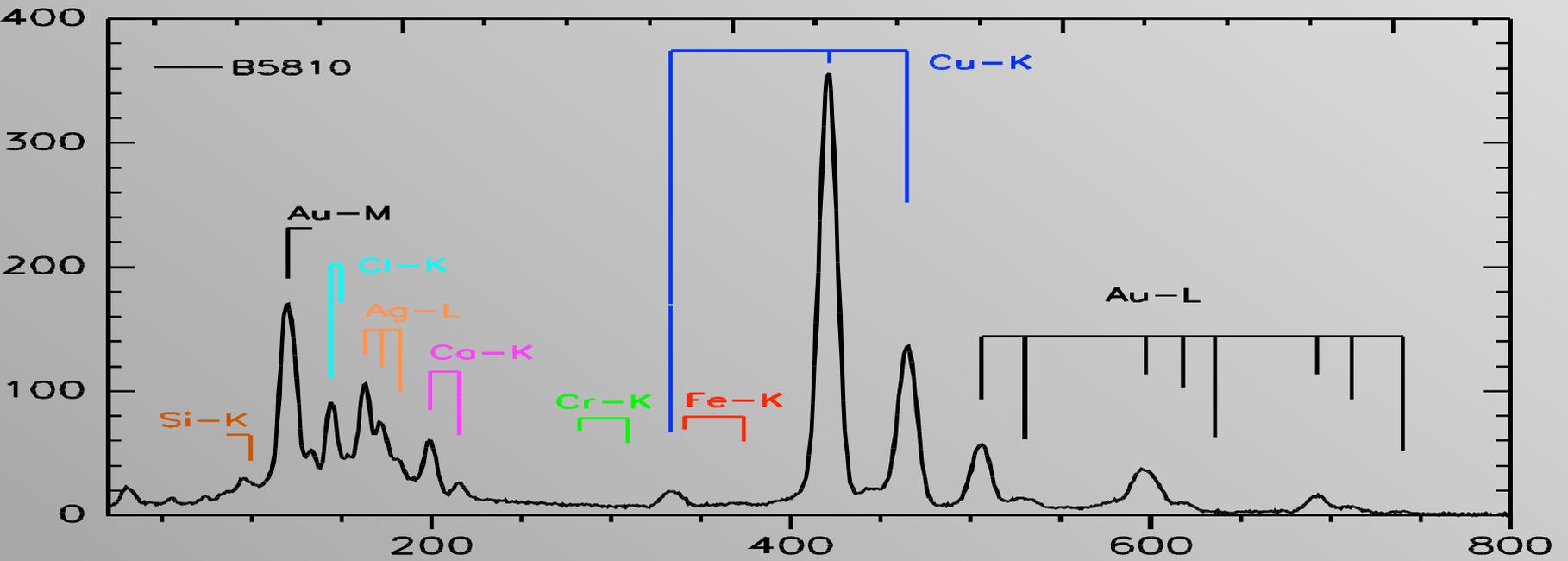
- a) superficial ( $2,5\mu\text{m}$ )
- b) profunda ( $30\mu\text{m}$ )

Região dourada  
1 amostra

superficial ( $2,5\mu\text{m}$ )

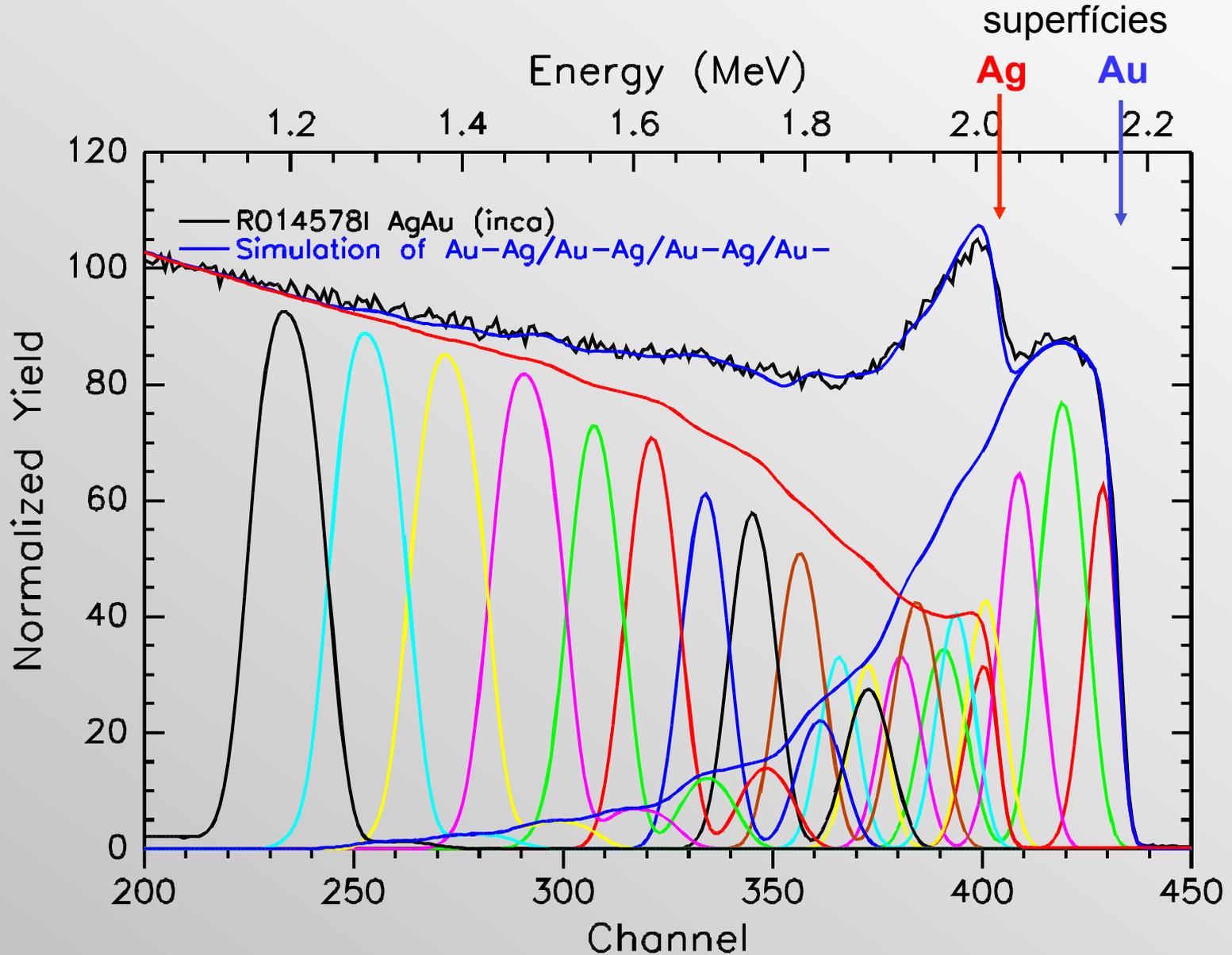


# Análise PIXE da mancha dourada



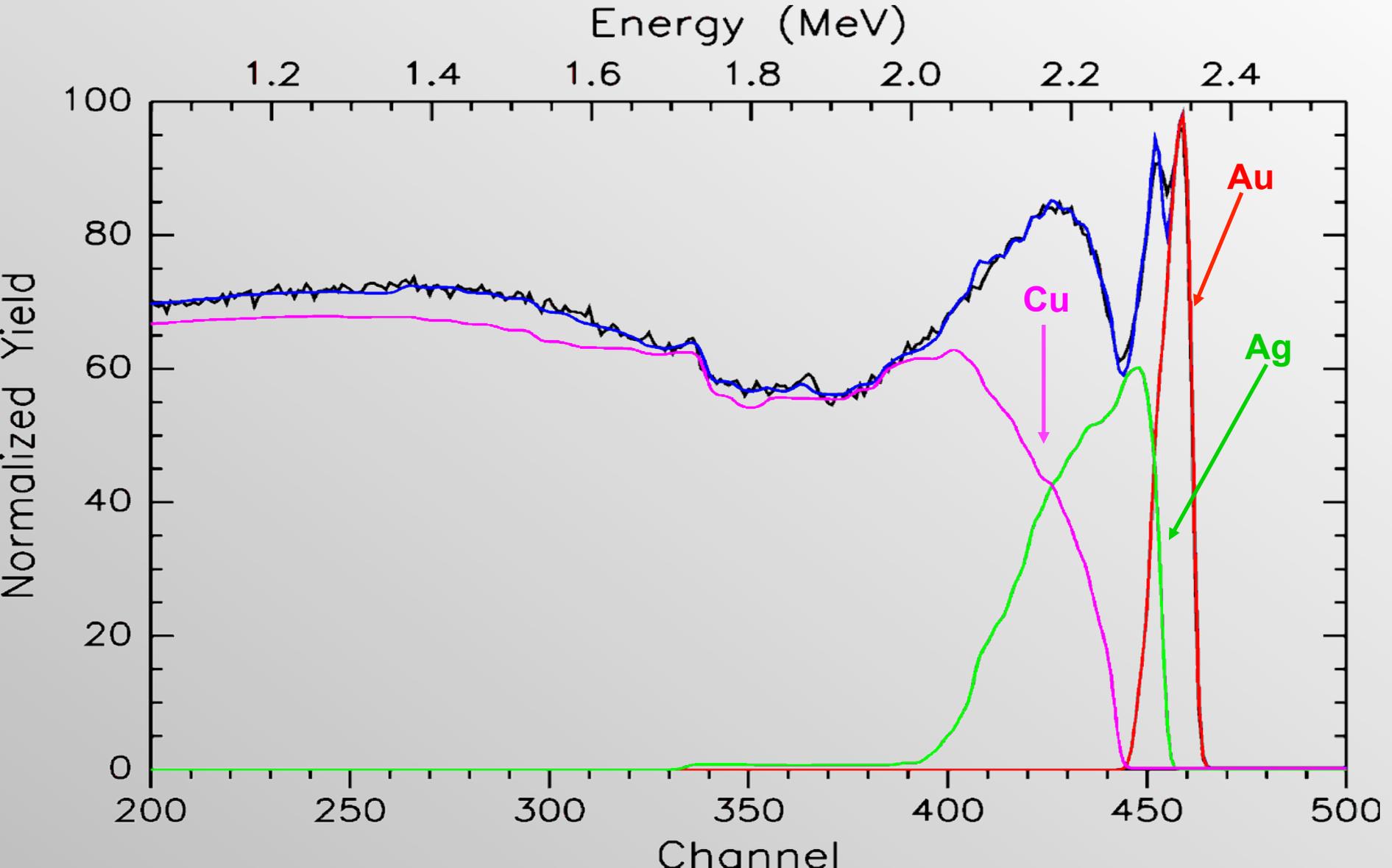
# Espectro RBS da mancha dourada e sua simulação teórica

feixe de  $\text{He}^+$ , 2,4 MeV (alcance  $\sim 2 \mu\text{m}$ )

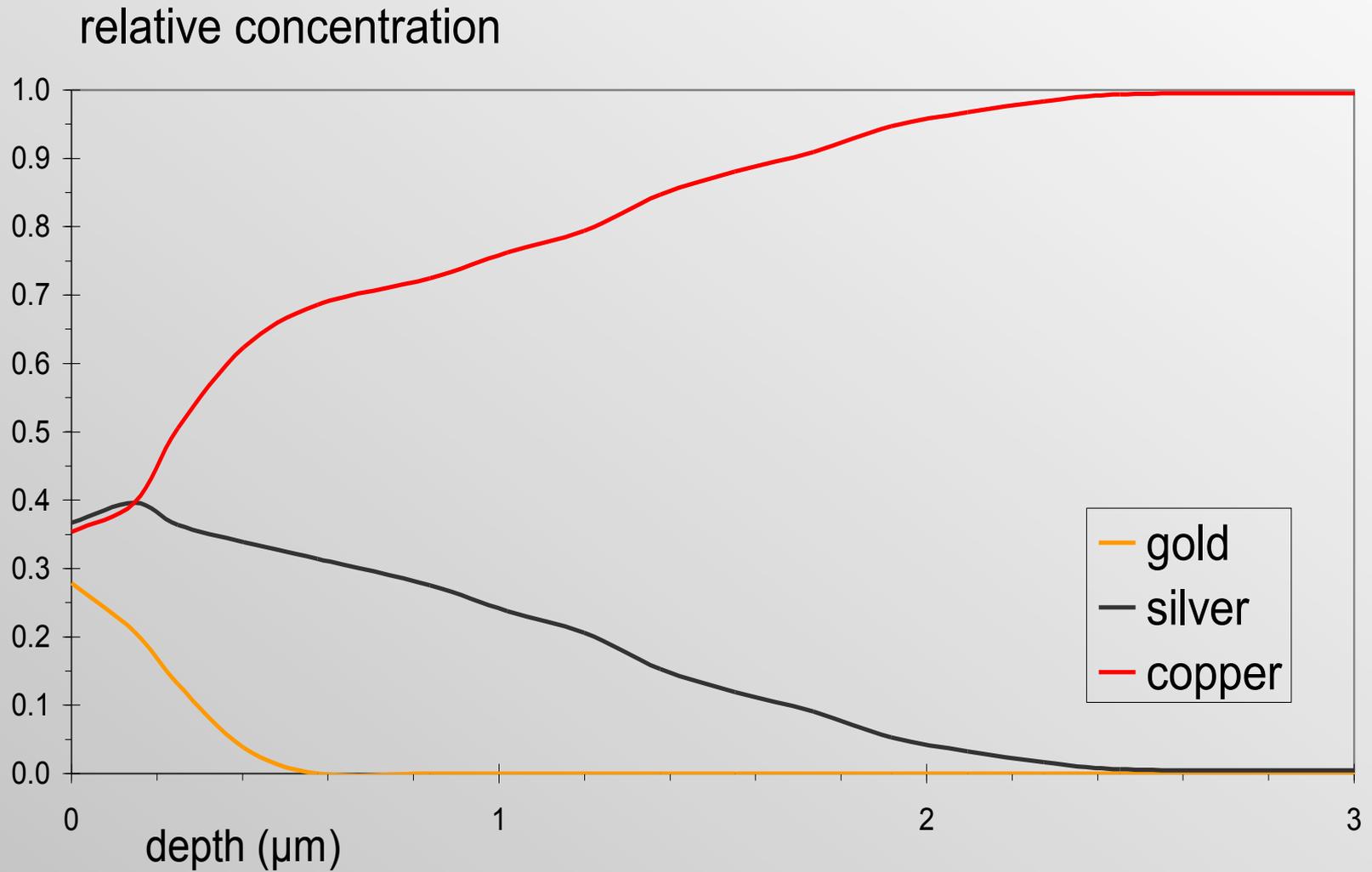


# Espectro RBS da mancha dourada e sua simulação teórica

feixe de  $H^+$ , 2,4 MeV (alcance  $\sim 20 \mu m$ )

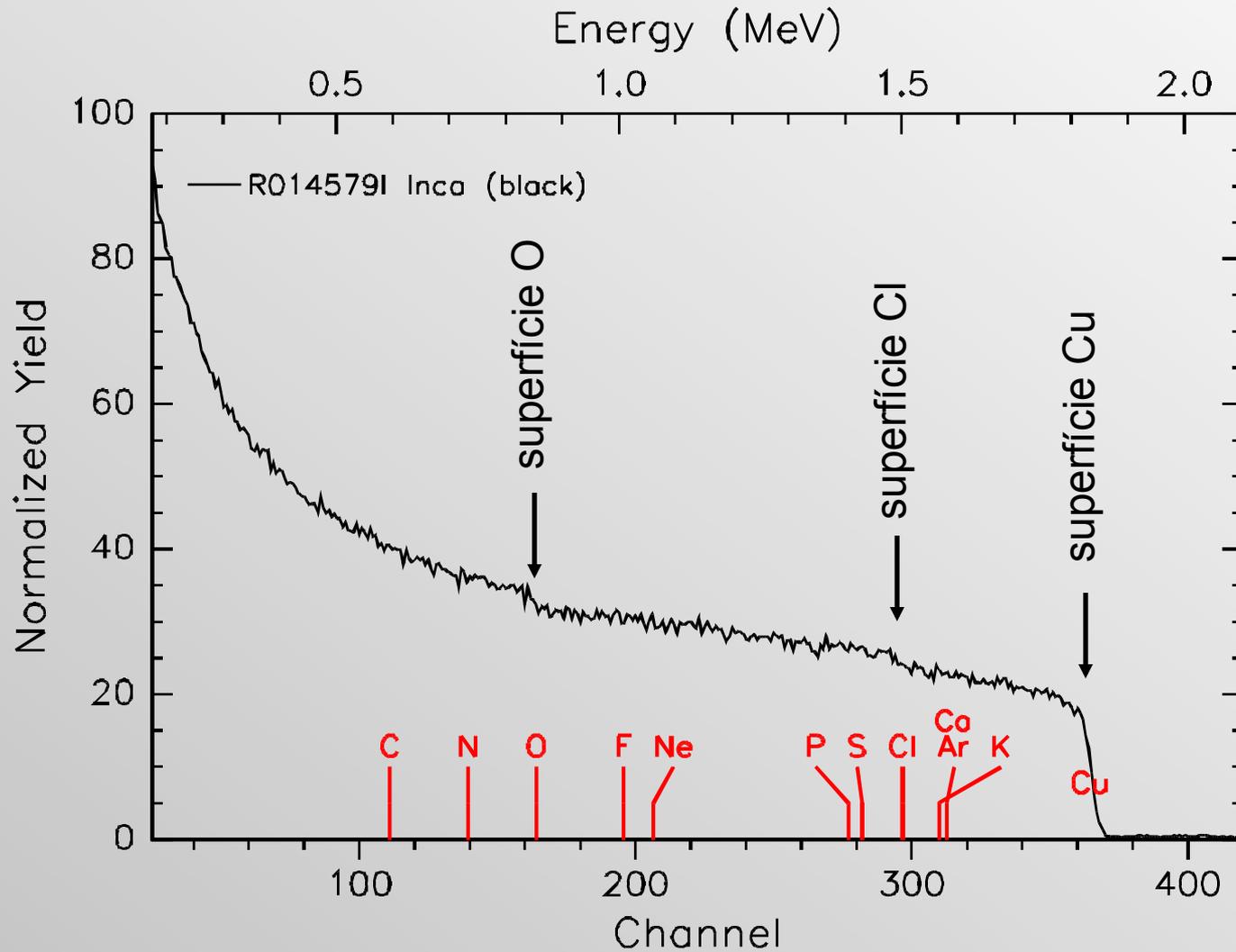


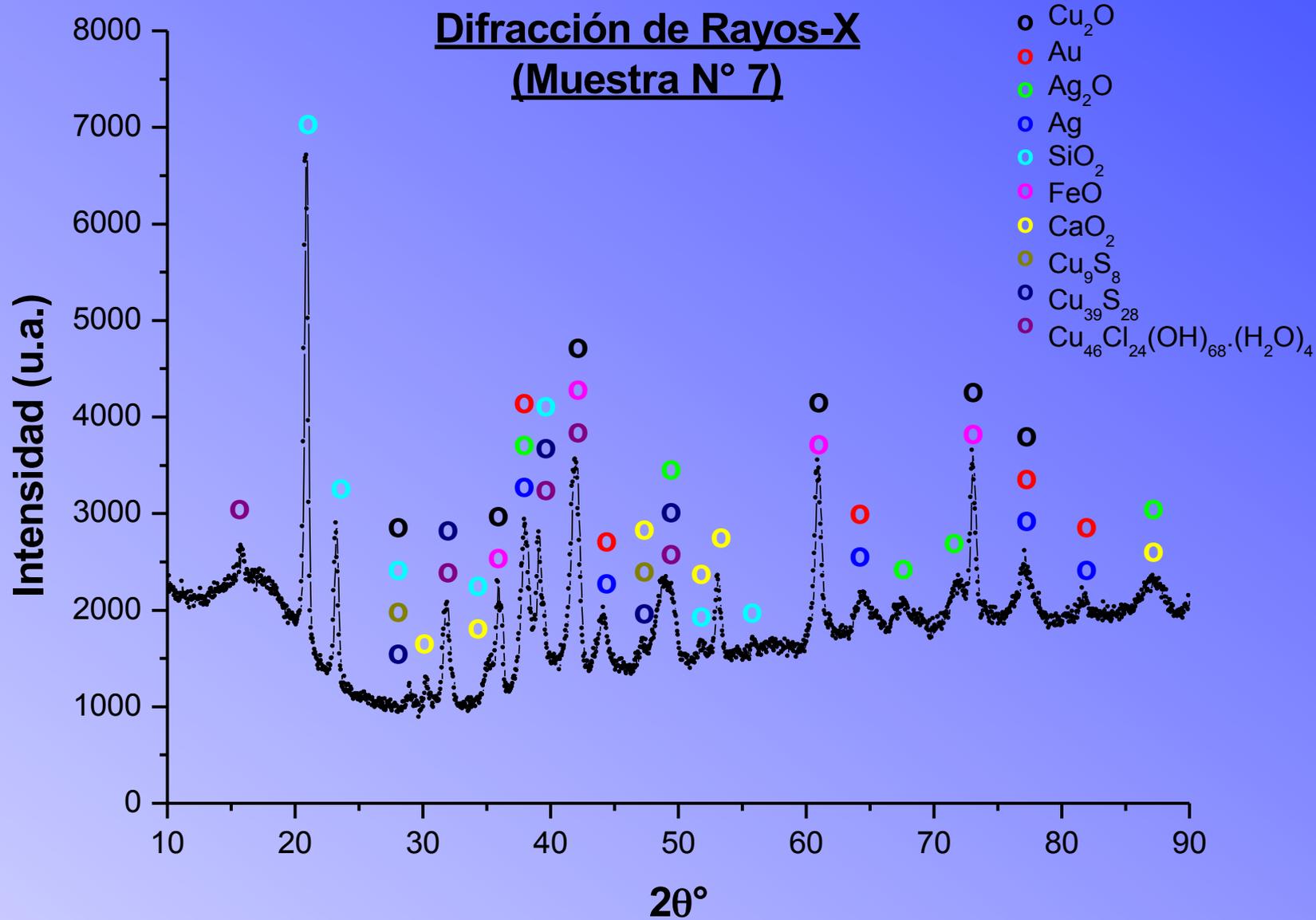
# Composição relativa da “mancha dourada”



# Espectro RBS da região negra (matriz)

feixe de  $\text{He}^+$ , 2,4 MeV (alcance  $\sim 2 \mu\text{m}$ )





# Análise ICP-MS com laser ablation

ELAN 6000 - Perkin Elmer

Laser Nd:YAG, 10mJ por “tiro”. Furos com 10 ou 30 $\mu$ m de profundidade e cerca de 30  $\mu$ m de diâmetro. 320 “tiros” em 90s.

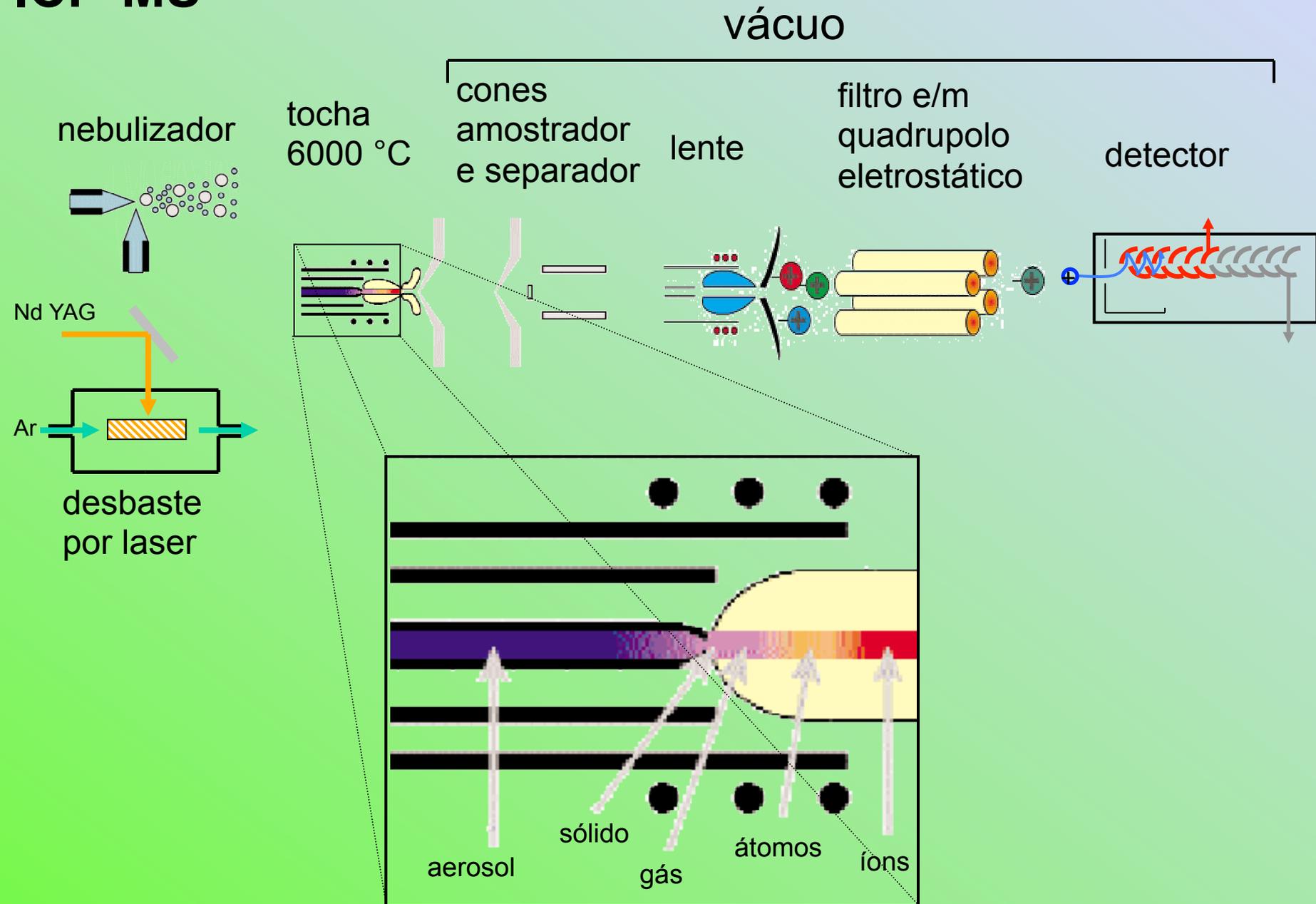
Escolhidos tres pontos na amostra:

- mancha dourada
- matriz superfície (região negra)
- matriz fundo (região negra,  $\sim 20\mu$ m)

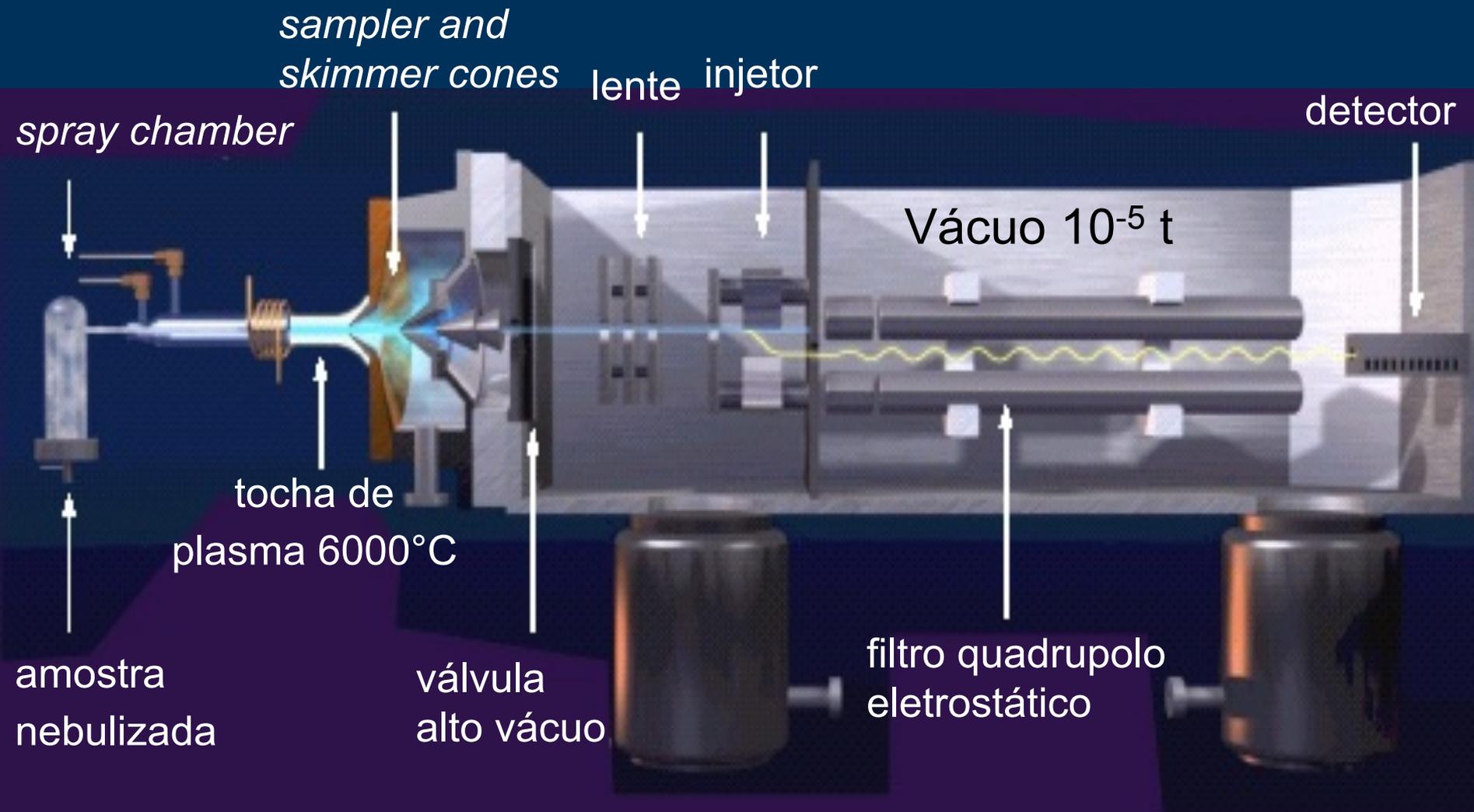
Perfil em profundidade para alguns elementos (Au, Cu, Ag, O, Cl..)

Uma análise para “todos” os elementos nos mesmos tres pontos.

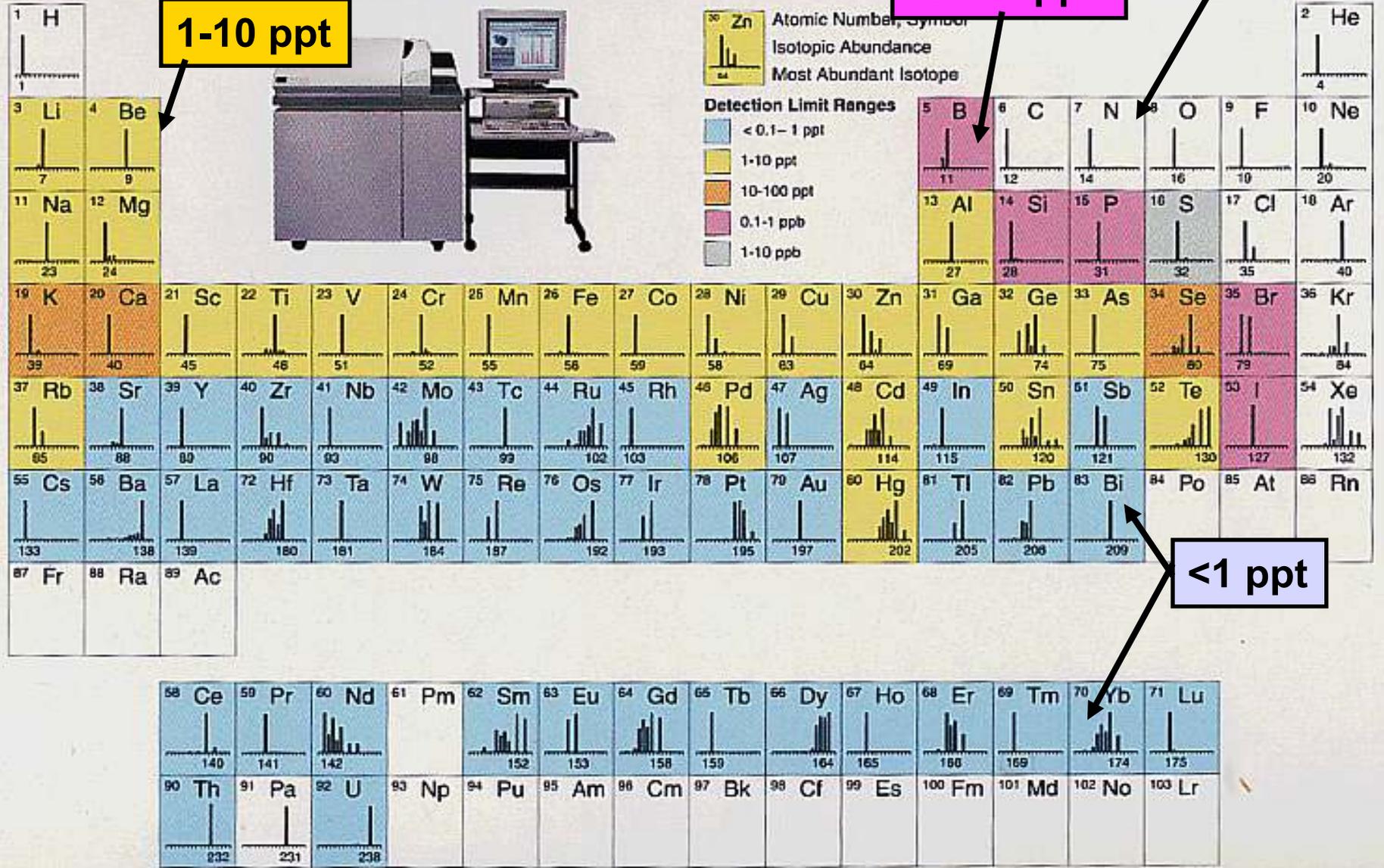
# ICP-MS



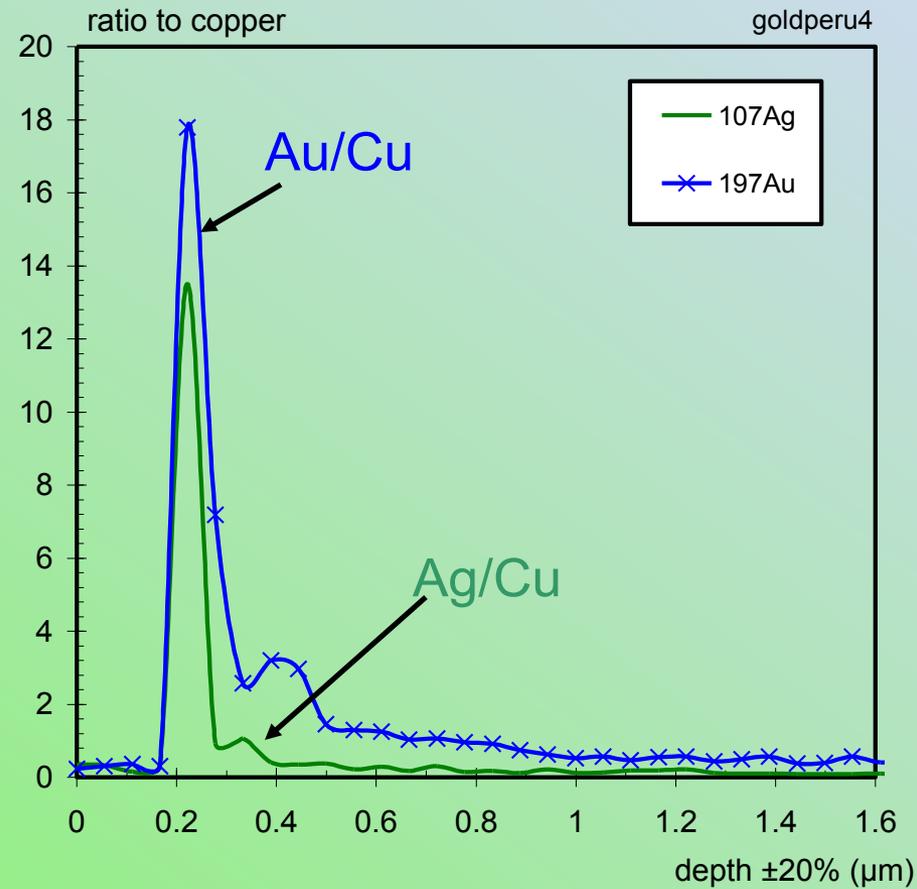
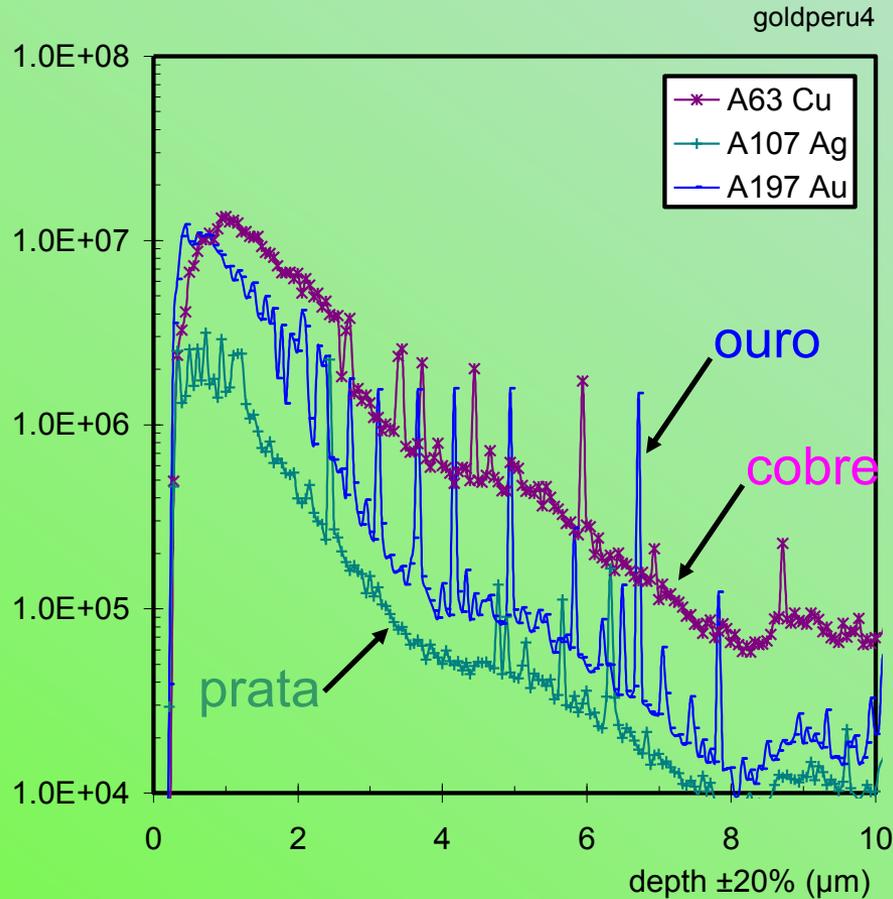
# ICP-MS



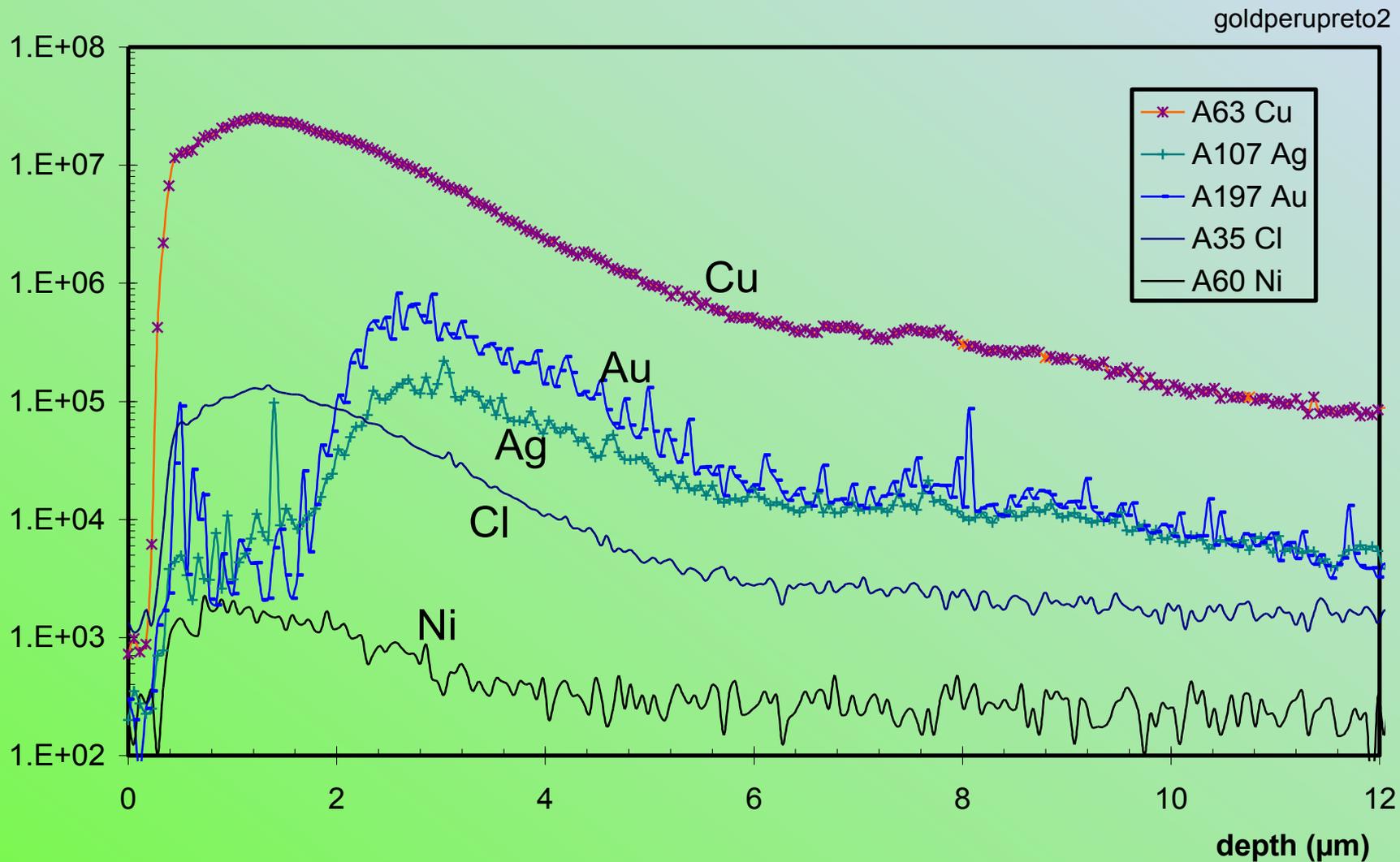
# ICP-MS: limites de detecção (líquidos)



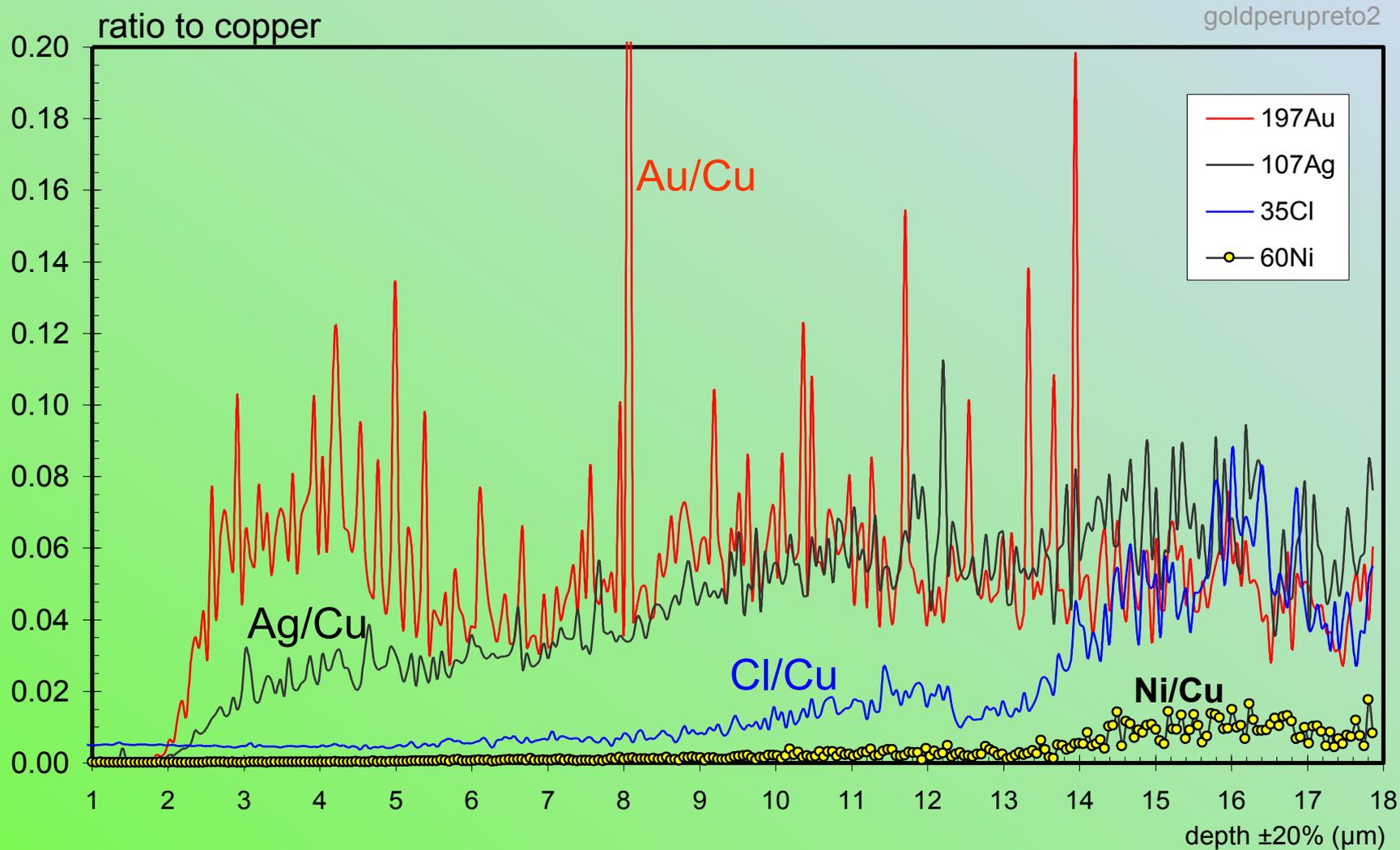
# Análise ICP-MS com laser ablation (mancha dourada)



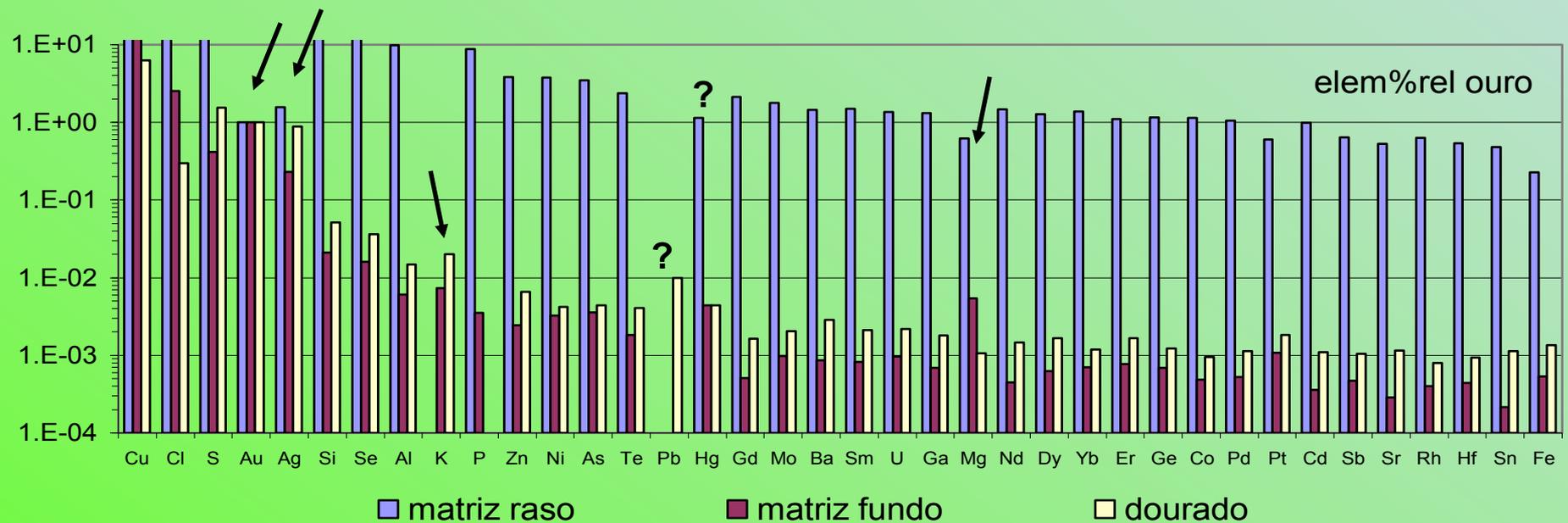
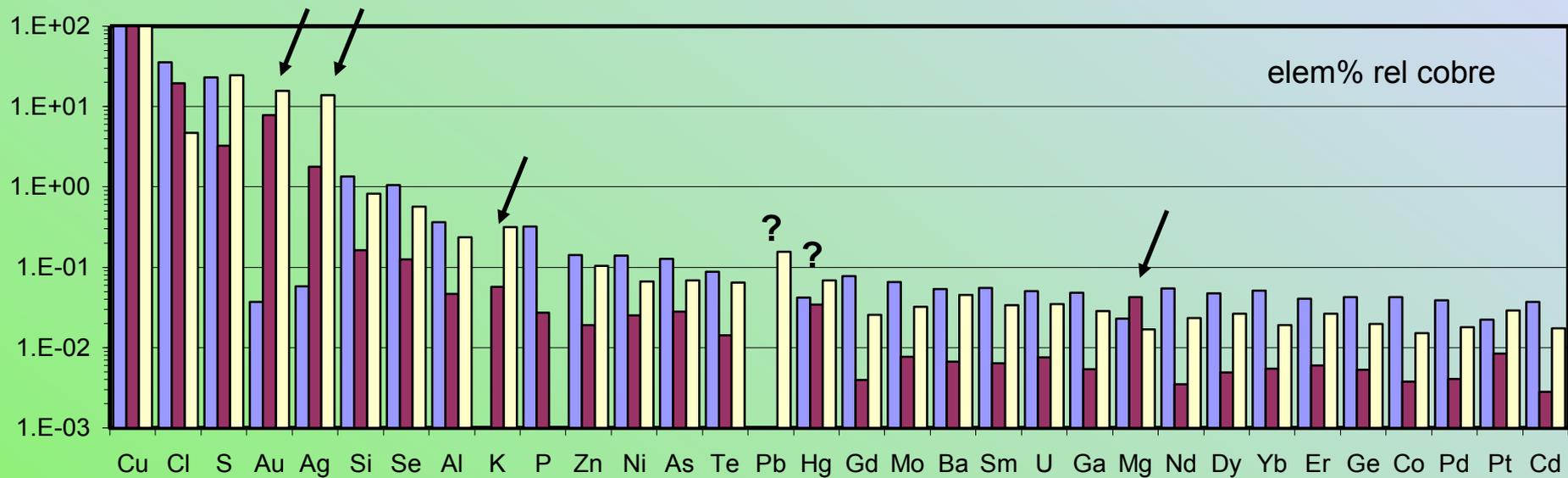
# Análise ICP-MS com laser ablação (matriz fundo)



# Análise ICP-MS com laser ablation (matriz fundo)



# Análise ICP-MS: razão elementar para o Cu e Au

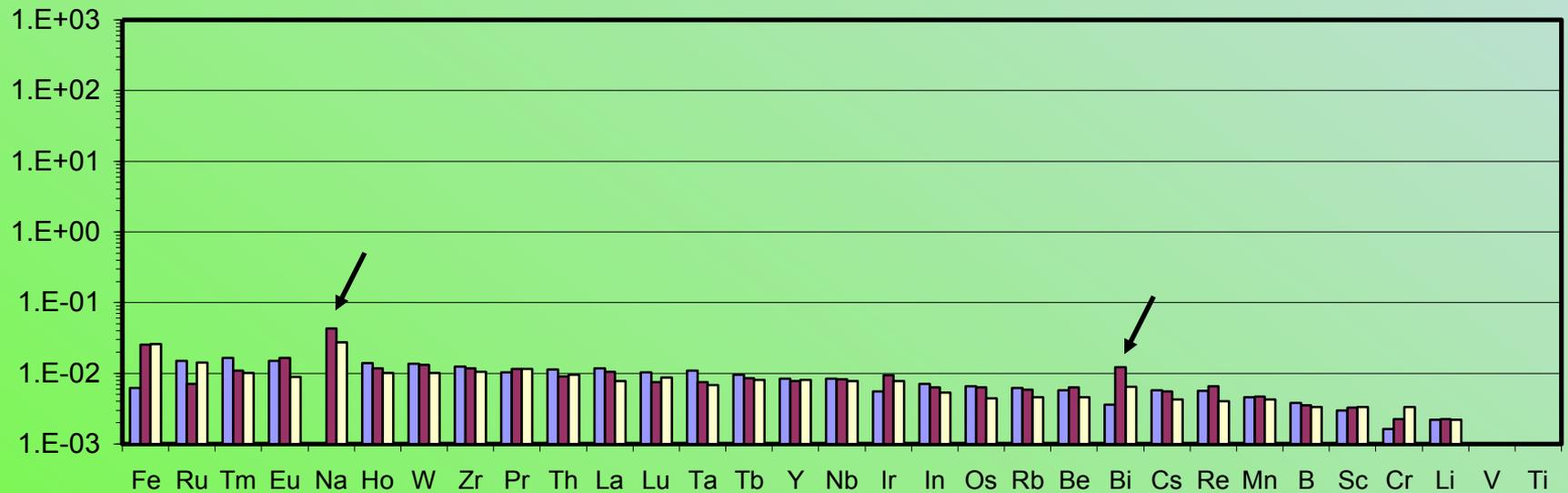
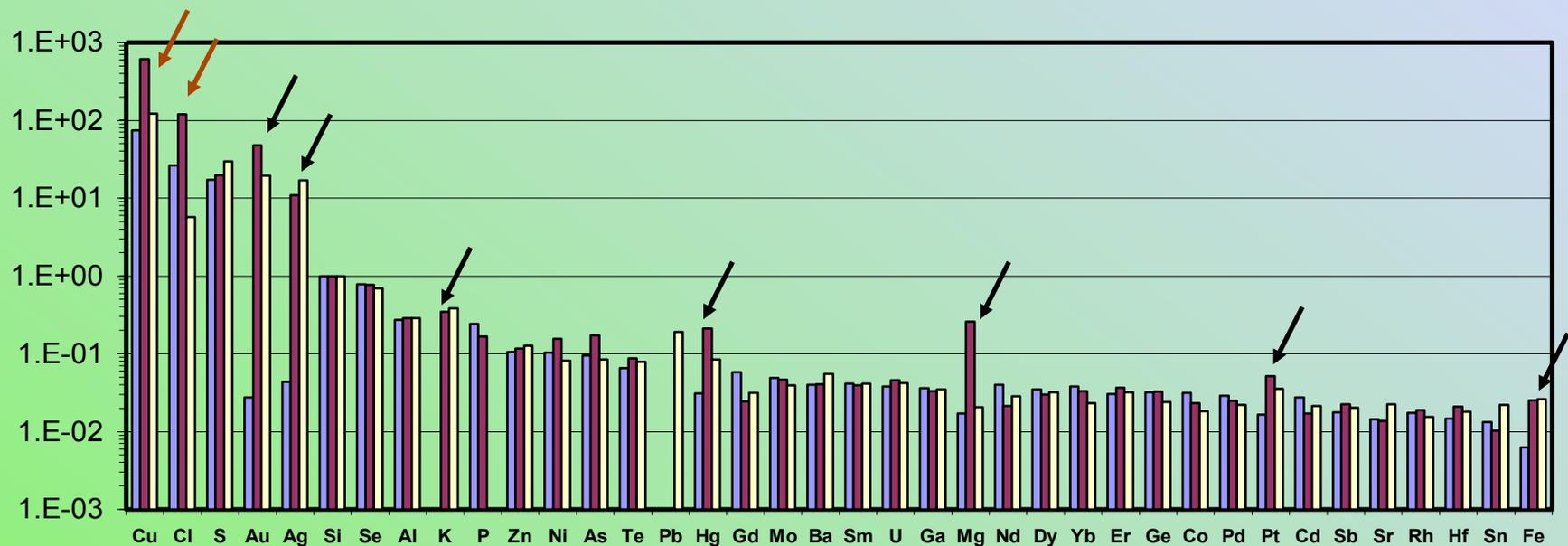


matriz raso

matriz fundo

dourado

# Análise ICP-MS: razão elementar para o Si



matriz raso

matriz fundo

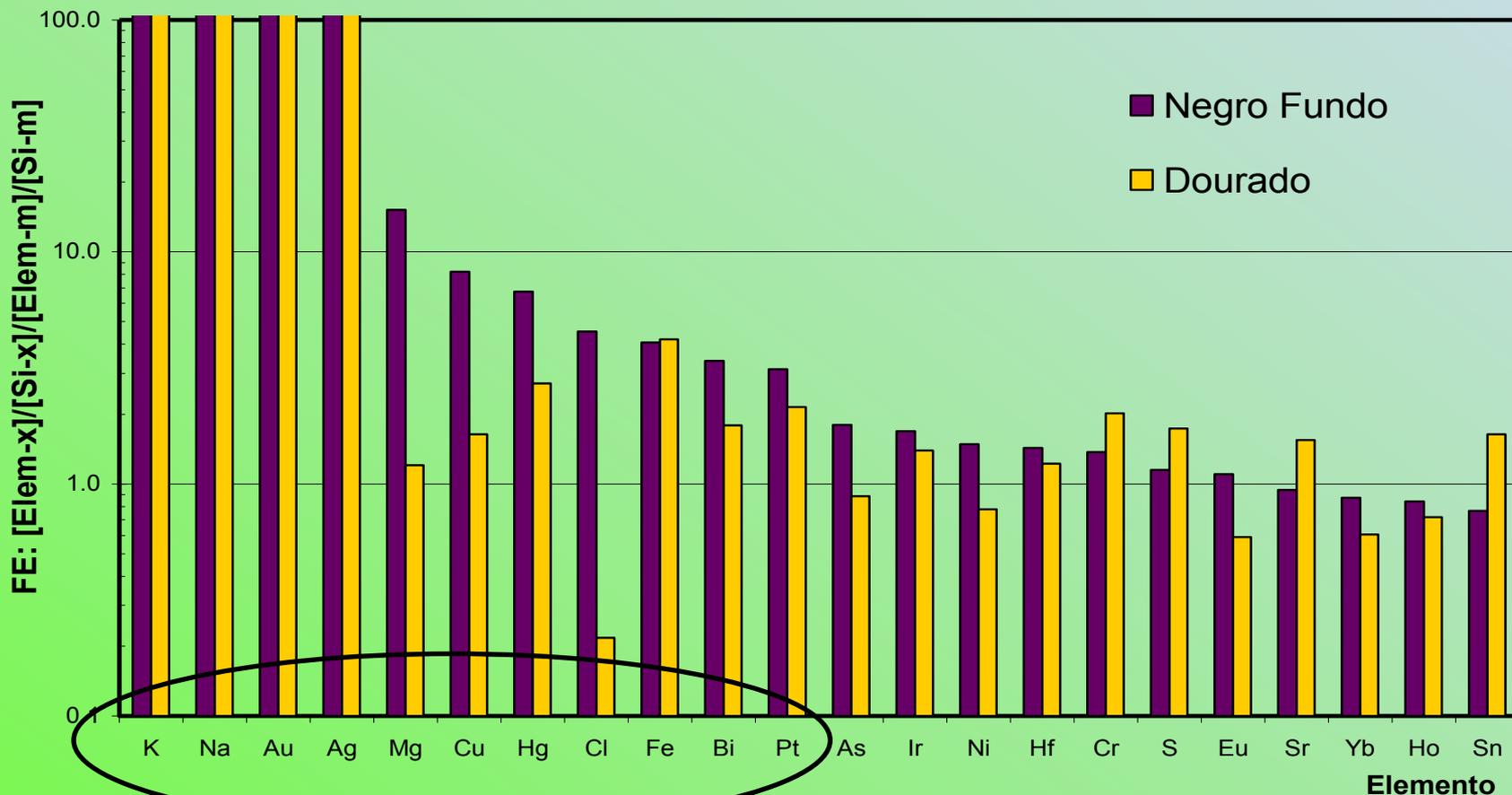
dourado

Análise ICP-MS:  
fator de enriquecimento  
relativo “negro raso”

$$FE = \frac{\left(\frac{[x]}{[Si]}\right)_{AMOSTRA}}{\left(\frac{[x]}{[Si]}\right)_{REFERENCIA}}$$

$> 1$  outra origem  
 $= 1$  mesma origem  
 $< 1$  ?

contaminação do solo



# Análise ICP-MS com laser ablation

elementos não associados com o solo local (FE>1)

?

**K** **Na** **Au** **Ag** **Mg** **Cu** **Hg** **Cl** **Fe** **Bi** **Pt(?)** **As(?)**

**Al** ?

**Electrochemical Replacement Plating**



## Conclusões

Um exemplo do poder do uso combinado de várias técnicas analíticas **derivadas da tecnologia da física nuclear** para explorar uma amostra arqueológica;

**Um fascinante exemplo de nanotecnologia Moche**



gracias

manfredo@if.usp.br

www.if.usp.br/LAMFI

J. Phys. D. Applied Phys. **36** (2003) 842-48.