académica

Estudio químico analítico de obras de arte

Un enfoque práctico

Dolores Julia Yusá Marco

EDITORIAL
UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

Dolores Julia Yusá Marco

Estudio químico analítico de obras de arte

Un enfoque práctico

EDITORIAL
UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

Los contenidos de esta publicación han sido revisados por el Departamento de Conservación y Restauración de Bienes Culturales de la UPV

Colección Académica

Para referenciar esta publicación utilice la siguiente cita: YUSÁ MARCO, D. J. (2015) *Estudio químico analítico de obras de arte. Un enfoque práctico.* Valencia: Universitat Politècnica de València

Primera edición, 2015 (versión impresa)
Primera edición, 2015 (versión electrónica)

© Dolores Julia Yusá Marco

© de la presente edición: Editorial Universitat Politècnica de València
distribución: Telf.: 963 877 012 / www.lalibreria.upv.es / Ref.: 6231_01_01_01

ISBN: 978-84-9048-350-3 (versión impresa)
ISBN: 978-84-9048-351-0 (versión electrónica)

Queda prohibida la reproducción, distribución, comercialización, transformación y, en general, cualquier otra forma de explotación, por cualquier procedimiento, de la totalidad o de cualquier parte de esta obra sin autorización expresa y por escrito de los autores.

ÍNDICE

INTRODUCCIÓN 7

1. FUNDAMENTOS DEL ANÁLISIS CIENTÍFICO DE OBRAS DE ARTE 11
1.1. Metodología del análisis científico de obras de arte 11
1.1.1. Clasificación de las Técnicas Analíticas 14
1.1.2. Evaluación de resultados analíticos 16
1.2. El informe científico de obras de arte 18

2. FUNDAMENTOS BÁSICOS DE MICROSCOPÍA ÓPTICA Y MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA 21
2.1. Fundamentos básicos de Microscopía óptica 21
2.2. Fundamentos básicos de Microscopía electrónica 23

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL 27
3.1. Extracción de muestras 27
3.2. Preparación de cortes estratigráficos o secciones transversales 27
3.3. Identificación de fibras y del grado de deterioro mediante examen microscópico 32
3.4. Identificación de maderas mediante examen microscópico 37
3.5. Microfotografiar mediante el estereomicroscopio las secciones transversales, preparaciones longitudinales de fibras y de madera 39
3.6. Identificación de fibras mediante ensayo por combustión (pirognóstico) 49
3.7. Identificación de fibras mediante ensayo de torsión 55
3.8. Identificación de fibras mediante ensayo de tinción con Floroglucina 55
3.9. Ensayos de tinción o histoquímicos. Identificación de aglutinantes tradicionales (óleo y temple) y adhesivos naturales (amiláceos (almidón y harina)) 61
3.10. Identificación de pigmentos y cargas tradicionales mediante ensayos microquímicos 76
3.11. Análisis de alteraciones de morteros mediante la identificación de sales solubles 85
3.12. Análisis semicuantitativo de morteros 86
3.13. Análisis SEM/EDX de secciones transversales. Identificación y cuantificación de pigmentos y cargas, preparaciones e imprimaciones,… 89

BIBLIOGRAFÍA 95

ANEXO I. Listado de tablas y Figuras 99

Introducción

Este libro se ha escrito con la idea principal de que sirva de guía a los estudiantes de Máster de Conservación y Restauración de Bienes Culturales en sus prácticas de la asignatura de *Análisis químico analítico de obras de arte I*. Por supuesto, también se pretende que sea de utilidad para todos aquellos profesionales, conservadores-restauradores de bienes culturales y antigüedades, que tengan que realizar análisis químicos de obras de arte, o bien, a quienes necesitan ejercitarse en este campo de análisis porque así lo demanda su futuro profesional.

Los contenidos han sido desglosados del siguiente modo: El capítulo primero versa sobre los fundamentos del análisis científico de obras de arte, en el que se incluye la descripción del método científico aplicado al Patrimonio Cultural, cómo presentar los resultados obtenidos y plantea una propuesta de un tipo de informe científico. El capítulo segundo comprende los fundamentos básicos de dos técnicas instrumentales ampliamente utilizadas en este ámbito de los análisis del Patrimonio como son Microscopía óptica y Microscopía electrónica. El tercer capítulo abarca la descripción de la metodología experimental, en la que se indica la manera de realizar la extracción de muestras y preparación de secciones transversales. A continuación, se prosigue con el estudio científico de los materiales que constituyen las obras de arte. Para ello, se identifican aglutinantes y consolidantes mediante ensayos histoquímicos; pigmentos y cargas y sales solubles y productos de corrosión con ensayos microquímicos; fibras mediante ensayos microquímicos, pirognósticos y torsión; también, se preparan secciones longitudinales de fibra y madera para su identificación microscópica. Finalmente, se realiza el análisis textural y estratigráfico de las secciones transversales previamente preparadas mediante Microscopía óptica, después se obtiene su análisis cualitativo y cuantitativo elemental mediante Microscopía electrónica de Barrido, realizando la interpretación de los resultados. La mayoría de estas experiencias prácticas que se describen, se ilustran con los resultados obtenidos a partir de muestras extraídas de piezas, y/o a través de materiales patrón de fibras y maderas, con el fin de poder disponer de una guía comparativa de resultados.

Agradecimientos

Quisiera mostrar mi más sincero agradecimiento a la profesora Dra. María Teresa Doménech Carbó, Catedrática de Química, por haberme introducido en este mundo tan apasionante de los análisis físico-químicos de obras de arte, por haberme llevado de su mano durante los primeros años como profesora de Química en el Departamento de Conservación y Restauración de Bienes Culturales, sin cuyo apoyo e instrucción no hubiera podido alcanzar los conocimientos que en estos momentos disfruto, y de quien todavía hoy en día sigo aprendiendo, conocimientos que puedo compartir con todos mis estudiantes tanto de Grado y Máster en Conservación y Restauración de Bienes Culturales.

Por otro lado, me gustaría dar las gracias por su colaboración en la elaboración del material fotográfico de las sesiones de prácticas de laboratorio, al grupo de estudiantes del Máster en Conservación y Restauración de Bienes Culturales del curso académico 2014/15 de la asignatura Estudio químico-analítico de obras de arte I:

Alicia Adarve Marín, Mara Alcaide Gutiérrez, Pau Aleixandre Hernandis, Irene Aliaga Rodríguez, Patricia Álvarez Rodríguez, José Alfredo Benavent Boluda, Maria Bernabe Honrubia, Adrian Blázquez González, Maria Inmaculada Canto Sirvent, Jéssica Carrabeo Bayón, Judith Coll Martínez, Joana Esquirol Rodriguez, Martina Gil Jovani, Karen Golle, Cristina Guardiola Santos, Moonjung Hong, Azahara Lora Pérez, Begoña Marcilla Jordá, Sandra Maria Marin Milian, Beatriz Marin Piñero, Ángel Martínez Aparisi, Ana Meliá Angulo, Yolanda Palomino Lozano, Ana Perello Zanon, Clara Portilla Romero, José Rubén Querol Cordero, Regina Rivas Tornés, Zara Rodríguez Martín, Carlos Rozalén Alcaraz, Elvira Safont Cruz, Juan Angel Sánchez Sánchez, Alejandra Isabel Torrecilla Melero, Marta Torregrosa Verdejo, Raquel Tosal Lázaro, María José Velasco Arias.

Capítulo 1
Fundamentos del análisis científico de obras de arte

1.1. Metodología del análisis científico de obras de arte

De manera general, se puede considerar que los principales objetivos del análisis científico de obras de arte son los siguientes:

- Realizar estudios arqueométricos: Identificación de materiales y de la técnica artística o de manufactura.
- Determinación del estado de conservación, identificación de patologías, así como de mecanismos de alteración y sus causas.
- Llevar a cabo el control y evaluación de tratamientos conservativos y de restauración.
- Diseñar métodos analíticos de caracterización de nuevos materiales, y nuevos protocolos y materiales de conservación y restauración.

En el caso concreto del desarrollo de un proyecto de intervención de una obra de arte (Figura 1.1), los análisis físico-químicos se podrían aplicar, basándose en estos objetivos planteados, en las siguientes etapas:

- Estudio técnico: Caracterización de los materiales integrantes de la pieza y así poder establecer la técnica artística

- Determinar el estado de conservación: Identificar posibles patologías y su mecanismo de alteración
- Propuesta de intervención y propuesta de conservación: Realizar el seguimiento de control y de evaluación de los tratamientos de conservación y restauración realizados en la pieza.

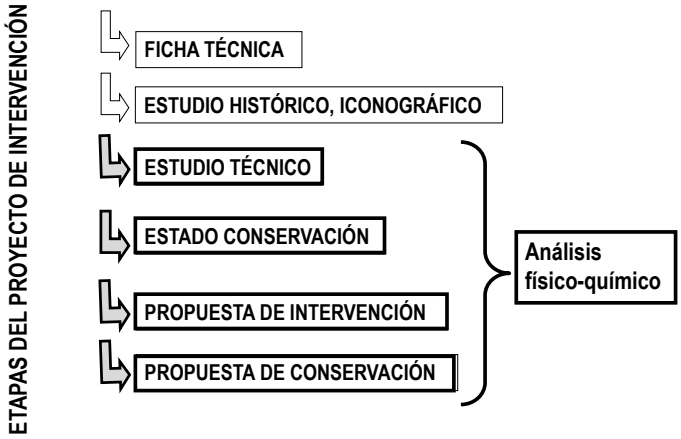

Figura 1.1. Esquema de las etapas incluidas en un proyecto de intervención de una obra de arte

Con el fin de poder solicitar o llevar a cabo un análisis científico de una obra de arte, se debe previamente conocer las etapas del método científico: observar, establecer hipótesis, experimentar y concluir. A su vez, su etapa experimental de divide en:

a. Estrategia de muestreo

b. Preparación de muestras

c. Elección de la técnica de análisis y obtención de resultados

d. Tratamiento de datos y presentación de resultados (Figura 1.2).

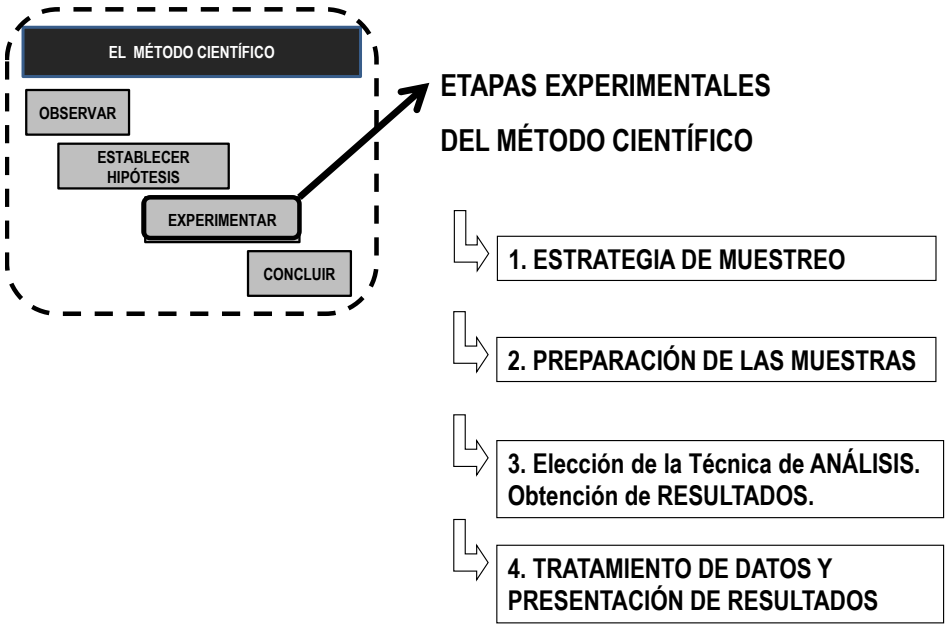

Figura 1.2. Etapas experimentales del método científico

Tras observar la pieza, se pueden establecer hipótesis sobre su buen estado de conservación o presencia de zonas con patologías y alteraciones. Con ello, se valora la necesidad de realizar los análisis físico-químicos de la pieza, así como su finalidad. Después se debe establecer la estrategia de muestreo (elección de los puntos de extracción, número y tamaño de las muestras), que desde el punto de vista de una obra de arte siempre suele ser una toma de muestras intencionada, dado que se desea determinar la composición de la zona alterada, o bien, únicamente en el caso de caracterizar la obra se debe realizar esta toma de muestras en zonas poco visibles y que no alteren la lectura de la obra. Posteriormente, se prepararan las muestras en función del tipo de análisis o técnica analítica a aplicar (Figura 1.3). Se seguirá con el análisis y obtención de los resultados, que serán después tratados estadísticamente o mediante representaciones gráficas para ser presentados en el informe analítico.

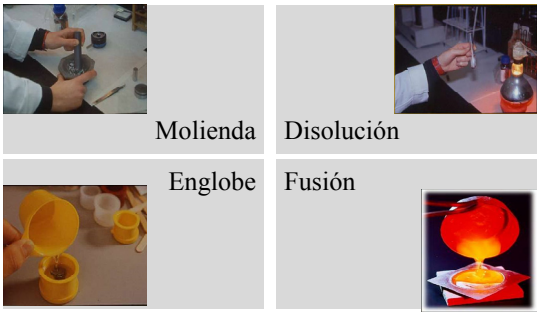

Figura 1.3. Tipos de preparación de muestras

1.1.1. Clasificación de las Técnicas Analíticas

Las técnicas de análisis se clasifican en dos grandes grupos bien diferenciados:

a. Análisis holísticos: Estos métodos utilizan la radiación de longitud de onda entre rayos-γ al IR para generar una imagen del objeto. Estos métodos pueden ser considerados sensibles y no destructivos.

   En este grupo se encuentran el examen visual con luz tangencial y transmitida, colorimetría, fotografía UV-Fluorescente, reflectografía IR, radiografía de rayos X,…

b. Análisis puntuales: Consisten en determinar la composición del material en áreas muy pequeñas. Estos métodos pueden ser no destructivos o destructivos. En algunos casos, las muestras son preservadas durante el proceso analítico.

   A su vez, este grupo se subdivide en:

   - Análisis químico global: Ensayos microquímicos, ensayos histoquímicos, métodos electroquímicos, Espectroscopia de Absorción Atómica (AAS), Espectroscopia de Emisión (llama, óptica, plasma), Fluorescencia de Rayos X (XRF), Análisis por Activación Neutrónica (NAA)
   - Análisis Molecular: Espectrometría de Masas, técnicas cromatográficas (capa fina, cromatografía líquida (HPLC), cromatografía de gases (GC) y con pirolisis (Py-GC), Análisis Térmico Diferencial (DTA) y Análisis Termogravimétrico (TGA), Espectrometría UV-VIS, Espectrometría Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), Espectroscopia Raman, Espectroscopia por Resonancia Nuclear, Difracción de rayos X (XRD).
   - Análisis Textural y estratigráfico: Microscopía Óptica (LM), Microscopía Electrónica (SEM), Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)

- Análisis de superficie y microdominios: Microanálisis por sonda electrónica (SEM-EDX), Espectroscopia Electrónica Auger (AES), Espectroscopia Electrónica por Pérdida de Energía, Espectroscopia Inducida de Rayos-X, Espectroscopia de Masas de Iones Secundarios (SIMS), Emisión rayos-X por Inducción de Protones (PIXE), Otras técnicas.

Los requisitos básicos que debe cumplir una técnica analítica para poder ser aplicada en el estudio de obras de arte son dos. En primer lugar, dado que se trata de una pieza de valor, se tiene el aspecto limitante de que el tamaño de la muestra a extraer debe ser lo más pequeña posible, y que en esa muestra se encuentren la mayor cantidad de componentes como sea posible. Por lo tanto, se requiere que la técnica presente elevada sensibilidad (que detecte todos los componentes, tanto mayoritarios como minoritarios), bajo límite de detección (que detecte todos los componentes aunque estén en concentración muy baja) y que sea selectiva (que no se solapen picos o bandas).

Con el fin de seleccionar una técnica de análisis físico-químico u otra, un conservador-restaurador debería considerar los objetivos que se ha planteado tras observar la obra que incluirán conocer:

- Naturaleza del compuesto, se trata de un material orgánico o inorgánico.
- Información que proporciona la técnica: componentes elementales (elemento químico) o moleculares (compuesto químico).
- Tipo de análisis: Cualitativo (identificación) y/o cuantitativo (determinar la cantidad).

De manera general en la Figura 1.4 se presenta una distribución de técnicas de análisis en función de estas consideraciones.

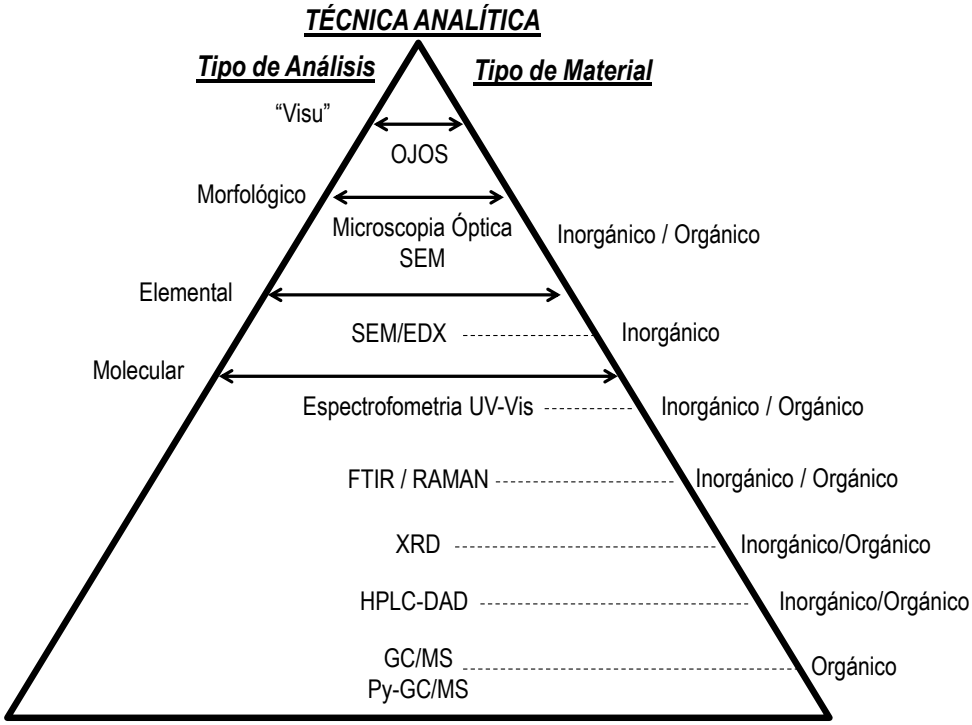

Figura 1.4. Diagrama de la distribución de técnicas analíticas en función del tipo de análisis y naturaleza del material

1.1.2. Evaluación de resultados analíticos

Una magnitud o variable se puede definir como aquella propiedad que puede ser medida mediante el método científico.

Medir una magnitud o variable física consiste en compararla con un valor de la misma que, por convenio, se toma como unidad. Es decir que, el resultado de la medida de dicha magnitud será un número de veces que dicha unidad esté incluida en nuestra magnitud medida, por lo que siempre hay que referirse a ella. Es decir, ¡cualquier valor medido de una magnitud debe ir acompañado de su unidad!

Cada técnica de análisis instrumental presenta unas unidades que describen las magnitudes medidas en ella. En general, los múltiplos y submúltiplos se hallan codificados por una letra que se antepone al símbolo de la propia magnitud (Tabla 1.1).

Tabla 1.1. Múltiplos y submúltiplos de las magnitudes medidas

Múltiplos				Submúltiplos		
tera	T	10^{12}		deci	d	10^{-1}
giga	G	10^{9}		centi	c	10^{-2}
Mega	M	10^{6}		mili	m	10^{-3}
Kilo	K	10^{3}		micro	μ	10^{-6}
Hecto	H	10^{2}		nano	n	10^{-9}
decá	D	10^{1}		pico	p	10^{-12}
				femto	f	10^{-15}
				atto	a	10^{-18}

Durante las diferentes etapas previas se producen errores inherentes a los aspectos críticos en cada una de dichas etapas. La inexactitud del resultado va a depender de estos errores.

Error total (E_N) se define como la diferencia entre el valor verdadero de la variable X y su estimación x.

E_N es desconocido, sin embargo, se pueden dar límites útiles para tal error. Este es igual a la suma del error sistemático y el error aleatorio.

El error sistemático cometido en un proceso analítico tiene su origen en las propiedades físico-químicas del sistema y pueden ser calculados y reducidos. Se trata de la EXACTITUD: Indica cuan cercano está el resultado obtenido respecto del valor real. Se puede calcular con la desviación estándar.

El error aleatorio cometido en un proceso analítico procede de causas desconocidas por lo que no pueden ser eliminados. Es necesario dar una interpretación estadística a los resultados. Se trata de la PRECISIÓN: indica la reproducibilidad de los resultados. Con la estadística se podrá dar una estimación o probabilidad de que un resultado se acerque, dentro de ciertos límites, al valor verdadero, si no existen errores determinados o sistemáticos, cuántas medidas se deben efectuar para poder dar el resultado con un nivel de confianza determinado y si es justificable eliminar un valor que difiera marcadamente en un grupo de medidas efectuadas en las mismas condiciones, para una muestra.

1.2. El informe científico de obras de arte

En este apartado se van a proponer unas pautas para la redacción de un informe científico de una obra de arte. Como se ha comentado previamente, los análisis físico-químicos se podrían aplicar dentro de un proyecto de intervención en cualquier nivel (Figura 1.1). Por lo que este informe debería incluir la siguiente información en cada uno de sus puntos:

a. FICHA TÉCNICA de la obra

b. ESTUDIO HISTÓRICO, ICONOGRÁFICO

c. ETAPAS DEL MÉTODO CIENTÍFICO

c.1. OBSERVACIÓN de la Obra. Aproximación al ESTADO DE CONSERVACIÓN. Se detallaran los objetivos de los análisis, indicando su finalidad y justificación, y esto ayudará a seleccionar la técnica de análisis.

c.2. ESTRATEGIA DE MUESTREO (Se realizará un esquema con la ubicación de los puntos de extracción de las muestras. Se les dará un nombre o siglas y se describirá).

c.3. ELECCIÓN-TÉCNICA DE ANÁLISIS (en función de los objetivos planteados, ver punto 1.1.1)

c.4. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS (Breve descripción del procedimiento)

c.5. INSTRUMENTACIÓN Y PROCEDIMIENTO DE MEDIDA (Indicar marca, modelo y condiciones de medida)

c.6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

c.6.1. Estudio morfológico y estratigráfico: Microscopía óptica o/y SEM.

Discusión: Localización de estratos y descripción morfológica.

c.6.2. Estudio elemental de las muestras (pigmentos) con ensayos microquímicos (identificación elemental) o SEM/EDX (identificación y cuantificación elemental)

Discusión: Interpretación de los resultados señalando los pigmentos identificados y su composición.

c.6.3. Estudio cualitativo de aglutinante y/o barniz de la obra con la identificación mediante los ensayos histoquímicos o de tinción, o bien, identificación/cuantificación instrumental mediante FTIR, GC/MS, Py-GC/MS, XRD.

Discusión: Interpretación de los resultados señalando los componentes identificados y su composición.

c.6.4. Estudio morfológico de fibras y madera mediante la identificación de sus elementos anatómicos por Microscopía óptica, y/o identificación de fibras con ensayos microquímicos.

Discusión: Interpretación de los resultados señalando la fibra o madera identificada.

c.6.5. Estudio semi-cuantitativo de un MORTERO de arena y cal.

Discusión: Interpretación de los resultados señalando los componentes del mortero y su composición.

c.6.6. Identificación de sales solubles y productos de corrosión con ensayos microquímicos.

Discusión: Interpretación de los resultados señalando qué sales solubles y/o productos de corrosión se han identificado.

c.6.7. Tratamiento de datos y Presentación de resultados.

Discusión: Cálculo de errores (desviación estándar) y presentar tablas, gráficos, espectros, imágenes, etc... (recordar que las Tablas se nombran como encabezados, y las Figuras como pies de Figura).

c.7. CONCLUSIONES (Describir brevemente la interpretación de los resultados relacionándolos con los objetivos planteados inicialmente). Con todo ello, se podrán establecer los puntos siguientes.

d. ESTADO DE CONSERVACIÓN

e. PROPUESTA DE INTERVENCIÓN

f. PROPUESTA DE CONSERVACIÓN PREVENTIVA

Para seguir leyendo haga click aquí