

La conservación-restauración de un fémur de Saurópodo Titanosaurio del yacimiento del Cretácico Superior de “Lo Hueco” (Fuentes-Cuenca)

Generación de un protocolo de actuación mediante análisis de
agentes de deterioro.



Presentado por: Marcos Román Díaz Alonso

Tutor/a académico UCM: Fátima Marcos Fernández

Tutor/a académico ULL: Mariano J. Pérez Sánchez

Universidad de La Laguna

Facultad de Humanidades, sección Bellas Artes

Grado en Conservación y restauración de bienes culturales

Curso académico: 2016/17

Convocatoria: septiembre

La Laguna, 11 de septiembre de 2017

ULL

SICUE
Intercambio Estudiantes
Universidades Españolas



**UNIVERSIDAD
COMPLUTENSE**
MADRID

Resumen:

La conservación y restauración de los materiales de Lo Hueco es de gran interés porque es uno de los conjuntos más relevantes para la interpretación de los ecosistemas continentales de finales del mesozoico en la Península Ibérica. La colección de Lo Hueco presenta problemas de conservación debido a las particularidades del yacimiento, los materiales que en él se encuentran y la localización geológica del mismo. Este trabajo va encaminado a establecer criterios de intervención sobre una pieza de la colección. Trabajando sobre uno de los factores de deterioro más activos que afectan a estos bienes. Es sobre este factor de deterioro sobre el que se centran los ensayos y analíticas que pretenden determinar su composición y su reacción a tratamientos de limpieza y consolidación. Tras la consulta bibliográfica y tras concretar criterios de conservación-restauración, se procede a la restauración, creando a posteriori criterios de conservación preventiva, que prolonguen la vida material de esta pieza.

Abstract:

The conservation and restoration of the materials of Lo Hueco is very interesting because it is one of the most relevant sets for the interpretation of continental ecosystems of late Mesozoic in the Iberian peninsula. Lo Hueco collection presents problems of conservation due to the peculiarities of the deposit, the materials that are in it and its geological location. This work is aimed at establishing intervention criteria on a piece of the collection, working on one of the most active deterioration factors affecting these assets. The essays and analytics focus on this factor of deterioration to determine: its composition and its reaction to cleaning and consolidation treatments. After the bibliographical consultation and to specify conservation-restoration criteria, the restoration is proceeded, creating a posteriori criteria of preventive conservation, that prolong the material life of this piece.

Índice:

Agradecimientos	6
Introducción	7
Justificación:.....	7
Objetivos:	8
Cronograma:.....	9
CAPITULO I. Precedentes:	10
1.1. El yacimiento	10
1.1.1. Contexto geológico	11
1.1.2. Litografía y mineralogía.....	11
1.2. Registro fósil.....	12
1.2.1. La fosilización y los icnofósiles	13
1.2.2. La especie: Saurópodos Titanosaurios	14
1.2.3. Anatomía.....	14
CAPÍTULO II: Estudio técnico.....	16
2.1. Identificación.....	16
2.2. Estado de conservación.....	16
2.3. Comparativas con otros apendiculares.....	18
CAPITULO III: Estudio de caracterización de los materiales de dos localizaciones distintas del yacimiento.....	22
3.1. Introducción.	22
3.2. Ensayos experimentales.....	23
3.2.1. Preparativas de las muestras estudiadas.	23
3.2.2. Tipos de ensayos básicos usados	26
3.2.3. Esquema básico de las técnicas de observación y medida usada.....	28
3.3. Resultados obtenidos de los ensayos y analíticas realizados.	33
3.3.1. Localización de fragmentos de mineral de hierro en el interior de las arcillas.....	33
3.3.2. Resultados de los de ensayos básicos usados.....	33
3.3.3. Esquema básico de las técnicas de observación y medida usada.....	35
3.4. Discusión y análisis de resultados	46
3.5. Conclusiones.....	47
CAPITULO IV: Ensayos de limpieza y consolidación	48
4.1. Metodología y pruebas:	48
4.1.1. Limpieza:	48
4.1.2. Consolidación:	49

4.2. Resultados obtenidos:.....	55
4.2.1. Limpieza:	55
4.2.2. Consolidación:	56
CAPÍTULO V: Proceso de intervención	64
5.1. Tratamiento realizado:.....	64
5.1.1 Examen y diagnóstico y documentación fotográfica:	64
5.1.2. Limpieza de la superficie: mecánica y química	66
5.1.3. Reintegración de grietas y fisuras:	68
5.1.4. Consolidación final	72
5.3. Conservación preventiva:.....	77
5.3.1. Criterio de conservación preventiva. Contenedor de almacenaje.....	77
5. 4. Conclusiones:.....	80
Referencias:.....	81
ANEXOS:	83
Anexo I: Parámetros instrumentales.....	83
Anexo II: Galería de Microfotografías de MOLP.....	85
Anexo III: Difractogramas.....	86
Anexo IV: Picos detectados de agregados orientados.....	88
Anexo V: Proceso de fotogrametría.....	89
Anexo VI. Referencias gráficas:	91

Agradecimientos

A mis tutores académicos:

Fátima Marcos Fernández (Dep. de Conservación y Restauración en la UCM)

Mariano J. Pérez Sánchez (Dep. Química en la ULL)

Colaboradores:

Grupo de investigación de Biología Evolutiva de la UNED.

Profesora María Isabel Sánchez Bonilla (Dep. de BB.AA., área de escultura en la ULL)

Profesor Jesús Notario (Dep. de Edafología y Geología en la ULL)

Servicio de Apoyo a la investigación de la ULL. (SEGAI)

SME-SEGAI

SIDIX-SEGAI

A mi familia y mi novia.

Introducción

Justificación:

La conservación y restauración de los materiales de Lo Hueco es de gran interés porque es uno de los conjuntos más relevantes para la interpretación de los ecosistemas continentales de finales del mesozoico en la península ibérica. La colección de Lo Hueco presenta problemas de conservación debido a las particularidades del yacimiento, los materiales que en él se encuentran y la localización geológica del mismo.

Esta colección, de gran interés científico, y con muchos problemas de conservación es lo que ha motivado la consideración de uno de sus apendiculares como campo idóneo para experimentar sobre conceptos, criterios y protocolos de actuación para poder llevar a cabo diferentes estrategias en cuanto a una intervención de conservación-restauración se refiere.

Los fósiles extraídos del yacimiento de Lo Hueco son muy heterogéneos en cuanto a su composición, por lo que se encuentra afectados por distintos agentes de deterioro tanto intrínsecos como extrínsecos. Dentro de los intrínsecos están los distintos materiales que rellenan y envuelven a los fósiles que varían según su localización dentro del propio yacimiento.

Se realizó el estudio de un apendicular, en concreto un fémur de Saurópodo Titanosaurio del Cretácico Superior como elemento tipo y también otros dos apendiculares ya restaurados como ejemplo para llegar a conclusiones que nos den las pautas más adecuadas para actuar en los casos de conservación preventiva, curativa o de restauración de la colección. Para ello se va a realizar distintos tipos de estudio, comenzando por el organoléptico y al considerar que no era suficiente, se realizaron distintos tipos de análisis físico-químicos para comprender y atajar de la manera más eficaz los agentes de deterioro más activos.

Para ajustar cuales son los agentes de deterioro más frecuentes se han realizado comparativas con otros apendiculares de la misma colección para definir los diferentes deterioros y determinar a aquellos que siguen activos después de un tratamiento habitual en conservación-restauración de materiales paleontológicos.

Una vez realizado el estudio entre los tres fósiles del mismo yacimiento se estableció que el agente de deterioro más activo y común en el material paleontológico del yacimiento de Lo Hueco y que afecta a estas piezas, eran las arcillas, aunque los artículos publicados sobre las mismas nos daban distintos resultados. Por lo que advertimos que debe existir una diversidad de arcillas en el mismo yacimiento, con diferente composición y por tanto comportamientos distintos, el control sobre las mismas es de gran dificultad, ya que no todas actuarán de igual forma a los diferentes tratamientos que se le apliquen.

La pieza elegida, además, es de gran interés científico. Se trata de un fémur que tiene una serie de marcas "perimortem" (pupas) realizadas por insectos. Estas cavidades están rellenas de arcillas que en apariencia son muy expansivas e inestables frente a los cambios de humedad relativa y temperatura, estos cambios pueden dañar estas marcas que son de un alto interés científico para poder conocer los insectos necrófagos que las realizaron. Por ello, lo que se pretende es la consolidación de las huellas de estos insectos para su posterior investigación.

Por lo tanto, se establecen una serie de objetivos:

Objetivos:

1. La conservación basándonos en el estudio de los agentes de deterioro que afectan a esta colección de vertebrados.
2. Estudio del agente de deterioro más activo. Comprobación del tipo de arcillas que contiene y engloban los fósiles y su capacidad de expansión y absorción de la humedad como agente de deterioro.
3. Determinar la composición de las muestras procedentes de las dos localizaciones del yacimiento de Lo Hueco (Fuentes-Cuenca)
4. Encontrar los materiales y métodos de limpieza más adecuados para la restauración.
5. La consolidación como conservación. Buscando el método de consolidación adecuado para la conservación de la pieza.
6. Elaborar un protocolo de conservación en base a los datos obtenidos mediante este estudio de restauración de este tipo material que lo proteja y preserve.

Metodología:

1. Para hacer los estudios de conservación y ver los agentes de deterioro más habituales en el material paleontológico se ha realizado:
 - Búsqueda de información a base de bibliografías sobre el propio yacimiento y sobre la conservación-restauración de material paleontológico
 - Una vez estudiados los agentes de deterioro se examinar la pieza elegida y localizar los principales agentes que les afectan.
2. Selección del agente común y más activo para su análisis y estudio de aplicación de tratamientos que palien o eliminen sus efectos.
 - Comparar los agentes de deterioro más activos y de mayor afección con otros perpendiculares del mismo yacimiento ya tratados.
 - Análisis de la composición mineralógica de las muestras, de la matriz general y de los componentes arcillosos. Ensayos prácticos y analíticas de SEM/EDX y DRX.
3. Pruebas de técnicas y materiales más utilizados en conservación-restauración.
 - Ensayos con distintos métodos de limpieza y consolidación para aplicar el método de limpieza más óptimo para paliar los efectos que estos puedan tener y/o provocar a la pieza.
 - Identificada la causa de deterioro, buscar el tratamiento más óptimo para posteriormente aplicarlo con una metodología de conservación y restauración adecuada.
 - Probar en cámara de envejecimiento los materiales y métodos de consolidación más adecuado, ya sea por inmersión, impregnación superficial, goteo, etc.
 - Por último, crear criterios de conservación preventiva, que ayuden a la posterior investigación, prolongando la vida material del bien.

Cronograma:

CRONOGRAMA									
Actividades realizadas:	Temporalidad:								
	Enero	Febrero	Marzo	Abril	Mayo	Junio	Julio	Agosto	Septiembre
Búsqueda de bibliografía:	■						■		
Estudios previos:		■							
Ensayos metodológicos:		■	■	■	■				
Proceso de restauración:			■	■	■	■			
Ensayos y analíticas de arcillas:						■	■	■	■
Redacción:					■		■	■	■

La temporalidad de este Trabajo de fin de grado comienza a principios de enero y concluye a inicios de septiembre. Al pertenecer a la beca de movilidad SCIUE, el primer periodo, desde enero hasta principios de junio, se trabaja en la Universidad Complutense de Madrid todos los aspectos relacionados con la conservación restauración de la pieza a tratar. El periodo de junio a septiembre se centra en los ensayos y análisis.

CAPITULO I. Precedentes:

1.1. El yacimiento

“Lo Hueco” es el nombre que recibe el yacimiento paleontológico de que procede la pieza que se va a estudiar. El yacimiento de Lo Hueco fue descubierto en mayo de 2007 durante el transcurso de las obras para la instalación de un falso túnel en el Acceso Ferroviario de Alta Velocidad de Levante, en el término municipal de Fuentes (Cuenca) y la excavación que da lugar a la actual colección paleontológica se desarrolló a lo largo del segundo semestre de 2007 (Ortega, et al., 2015)

En la excavación del tramo Arcas-Fuentes, los trabajadores dejan al descubierto, a una profundidad de 15 metros, unas arcillas que contenían unos huesos que debido a su gran tamaño llamo la atención de los arqueólogos encargados de la obra. Posteriormente a esto se pusieron en contacto con el Museo de las Ciencias de Castilla la Mancha que, en contacto con los paleontólogos que desarrollaban investigaciones habitualmente en el área, determinaron que los restos encontrados se identificaban a priori como restos de dinosaurios saurópodos.

Posteriormente al descubrimiento de los macrorrestos comenzó un trabajo de urgencia con el fin de recuperar, de la forma más rápida y sistemática posible, la máxima cantidad de restos fósiles. La imparable obra civil hizo que el trabajo fuera de manera acelerada, ya que debían alcanzar los plazos de finalización pertinentes. Y fue gracias al esfuerzo de más de 80 especialistas y otros operarios por lo que se consiguieron recuperar del yacimiento más de 8500 macrorrestos fósiles.

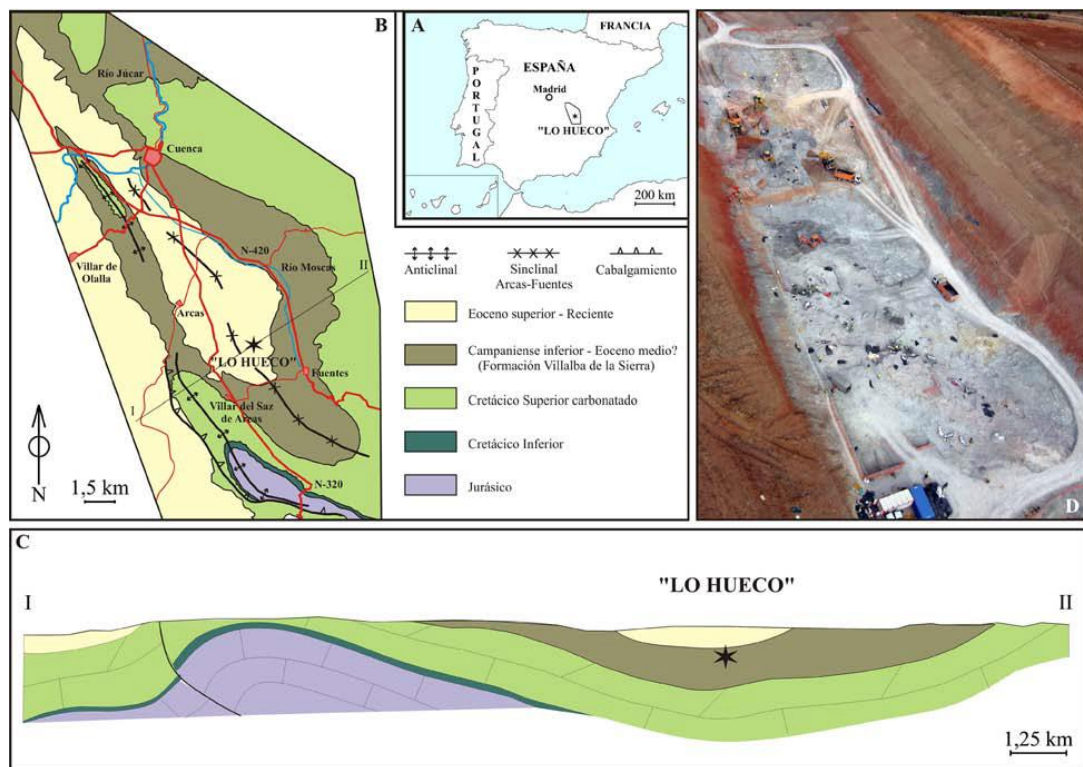


Figura 1. Emplazamiento geográfico y geológico del yacimiento paleontológico de "Lo Hueco". A) Localización general. B) Situación detallada dentro del Sinclinal Arcas-Fuentes, con el trazado de la siguiente figura. C) Perfil del mismo sinclinal. D) Vista aérea del yacimiento. Fuente: (González Riga, Lamanna, Ortiz David, Calvo, & Coria, 2016)

1.1.1. Contexto geológico

El yacimiento de “Lo Hueco” se localiza en el flanco oriental del Sinclinal de Arcas-Fuentes, cuyo núcleo se encuentra constituido por materiales del Cretácico y el Paleógeno, en el contexto de la rama suroccidental de la Cordillera Ibérica (Ramírez del Pozo et al. 1975)

Geológicamente el yacimiento pertenece a la Formación “Margas, Arcillas y Yesos de Villalba de la Sierra” en un tramo datado en el lapso Campaniense superior-Maastrichtiense inferior del Cretácico Superior (Tabla 1). En cronología absoluta, este lapso temporal corresponde a una antigüedad de unos 80-70 millones de años. (Vilas, et al., 1982)

TABLA CRONOESTRATIGRÁFICA INTERNACIONAL V2007/02					
Eonotema/ Eón	Eratema/ Era	Sistema/ Periodo	Serie/ Época	Piso/ Edad	Edad (Ma)
Fanezoico	Cenoicoico	Cuaternario	Actualidad - 2.58		
		Neógeno	2.58 - 23.03		
		Paleógeno	23.03 - 66.0		
	Mesozoico	Cretácico	Superior	Maastrichtiense	72,1±0,2
				Campaniense	83,6±0,2
				Santoniense	86,3±0,5
				Coniaciense	89,8±0,3
				Turonense	93,9
				Cenomaniense	100,5
			Inferior	Albiense	~113,0
				Aptiense	~125,0
				Barremiense	~129,4
				Hauteriviense	~132,9
				Valanginiense	~139,8
Berriasiense	~145,0				
Jurásico	201,3±0,2				
Triásico	252,17±0,06				

Tabla 1. Adaptación de tabla la International Chronostratigraphic Chart v2017/02 en la que se expresa la cronoestatigrafía desde la actualidad hasta el final de la era mesozoica. Señalado en rojo el lapso Campaniense superior-Maastrichtiense inferior. Fuente: (Comisión Internacional de Estratigrafía, 2013)

1.1.2. Litografía y mineralogía

El estudio litológico y mineral del yacimiento, realizado por expertos, determina en proporciones la composición de diferentes arcillas. Se componen principalmente de microconglomerados arenosos, areniscas y lutitas arenosas. Analizando las arcillas arenosas muestran una proporción relevante de cuarzo (30-25%), calcita (20-15%), feldespato (10-5%) y minerales de la arcilla (55-45%) (Barroso-Barcenilla et al., 2009)

En un examen más exhaustivo de las diferentes arcillas que componen el yacimiento encontramos diferentes tipologías o niveles: illita (65-30%), caolinita (50-20%), esmectita (25-0%) y clorita (2,5-0%), con una composición de arcilla del 85%, una moderada composición de yeso (<15%) y de carbonato cálcico (entre 10 y 5%) (Ortega et al., 2015).

Es sobre estos resultados consultados en bibliografías sobre los que nos guiamos a la hora de analizar los tipos de arcillas del yacimiento.

1.2. Registro fósil

Entre los restos fósiles encontrados en el yacimiento de “Lo Hueco” se encuentran macro y micro-restos de vegetales y restos animales tanto de invertebrados como de vertebrados. Dentro de los fósiles invertebrados encontramos restos de moluscos gasterópodos y bivalvos.

Las apariciones de los restos fósiles de vertebrados son más evidentes en el cuerpo canaliforme del yacimiento y sus proximidades. Se encuentra una abundancia importante de fauna que va desde peces, de los cuales predominan los restos de escamas, vértebras y dientes; una gran cantidad de tortugas, predominando la aparición de caparzones más o menos completos; restos de cocodrilos, de los que se recuperaron un gran número de cráneos (fig.2-5), vértebras, elementos apendiculares y de la armadura dérmica; y un abundante registro de macrorestos de dinosaurios.

Este último grupo de vertebrados conforma la gran mayoría de fósiles del yacimiento. Los dinosaurios encontrados son saurópodos asignados al grupo de los titanosaurios y terópodos dromeosáuridos. Del primer grupo se encontraron centenares de restos óseos aislados además de esqueletos parcialmente completos de una veintena de individuos. Los restos óseos más frecuentes son series vertebrales parcialmente completas y elementos apendiculares, además de cráneos, localizados como elementos aislados o asociados a otros restos esqueléticos. En cuanto al segundo grupo se encuentran abundantes registros de dientes, restos craneales, axiales y apendiculares, pero de forma aislada (Ortega et al., 2015).

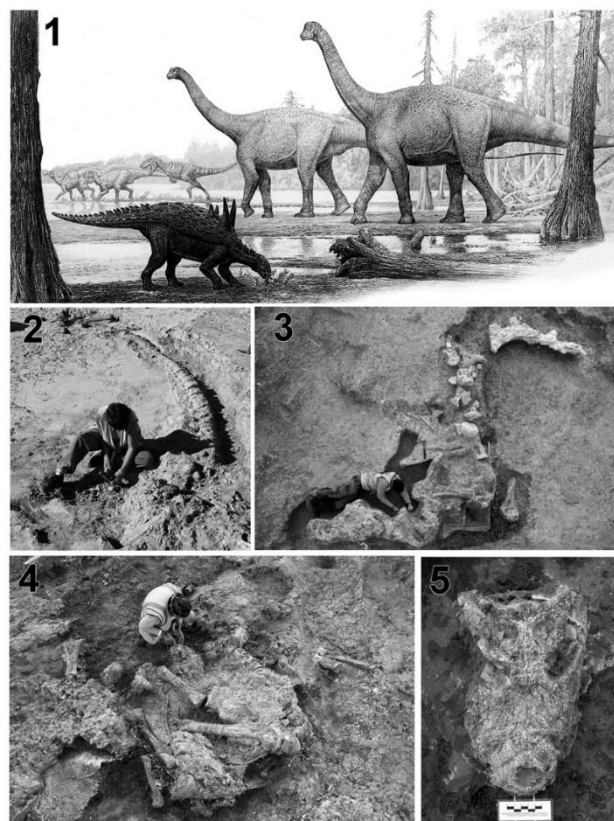


Figura 2. 1) Reconstrucción de un ecosistema del Cretácico Superior Ibérico; 2) Extracción de la serie caudal de un saurópodo Titanosaurio; 3) Proceso de perfilado de elementos óseos de la serie de vértebras cervicales de un saurópodo Titanosaurio; 4) Excavación de elementos apendiculares asociados a una cintura pélvica de un saurópodo titanosaurio; 5) Cráneo del cocodrilo aligatorioideo *Musturzabalsuchus*. Fuente: (Ortega et al., 2015).

1.2.1. La fosilización y los icnofósiles

La fosilización es el proceso por el que restos de organismos del pasado o señales de su actividad se incorporan al registro fósil. En este proceso, el material original se transforma y este cambia su naturaleza dependiendo de los distintos procesos de fosilización.

Los restos óseos, al estar constituidos en su gran mayoría por derivados del fosfato cálcico calcio, parten con una ventaja ante el resto de material orgánico en determinadas condiciones, ya que contienen una parte mineral. Por ello es muy frecuente la fosilización por carbonatación.

El icnofósil (fig. 4) o pista fósil es el rastro que deja la acción de un animal en una superficie (Gaméz-Vintaned & Liñán, 1996), es decir, es la huella de actividad que ha quedado registrada tras el paso o acción de un animal sobre una superficie.



Figura 3. Fósil de vertebra caudal de Saurópodo Titanosaurio del yacimiento de "Lo Hueco"

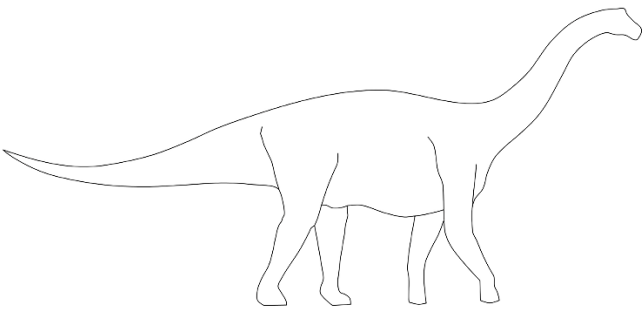


Figura 4. Icnofósil. Fuente: Xatakaciencia

1.2.2. La especie: Saurópodos Titanosaurios

Los Saurópodos Titanosaurios fueron los herbívoros terrestres más diversos y abundantes del periodo Cretácico Superior. Los fósiles de estos vertebrados se extienden por todos los continentes y estos comprenden aproximadamente un tercio de la diversidad de saurópodos. (González Riga, et al., 2016). Estos son dinosaurios cuadrúpedos, caracterizados por su gran tamaño y por su cuello y cola alargados. La sistemática filogenética de un titanosaurio implica que pertenece a los siguientes grupos zoológicos:

TAXONOMÍA	
Reino:	Animalia
Filo:	Chordata
Clase:	Sauriopsida
Superorden:	Dinosauria
Orden:	Saurischia
Suborden:	Sauropodomorpha
Infraorden:	Sauropoda
Sin orden:	Titanosauria



Saurópodo Titanosaurio

Tabla 2. Taxonomía de los Titanosaurios. Fuente: (Wilson, 2006)

1.2.3. Anatomía

Para comprender mejor el tipo de material paleontológico sobre el que se va a trabajar, es imprescindible conocer mínimamente cuestiones de la anatomía de la especie y sus partes.

Principalmente saber que el cuerpo de los vertebrados se divide en tres partes:

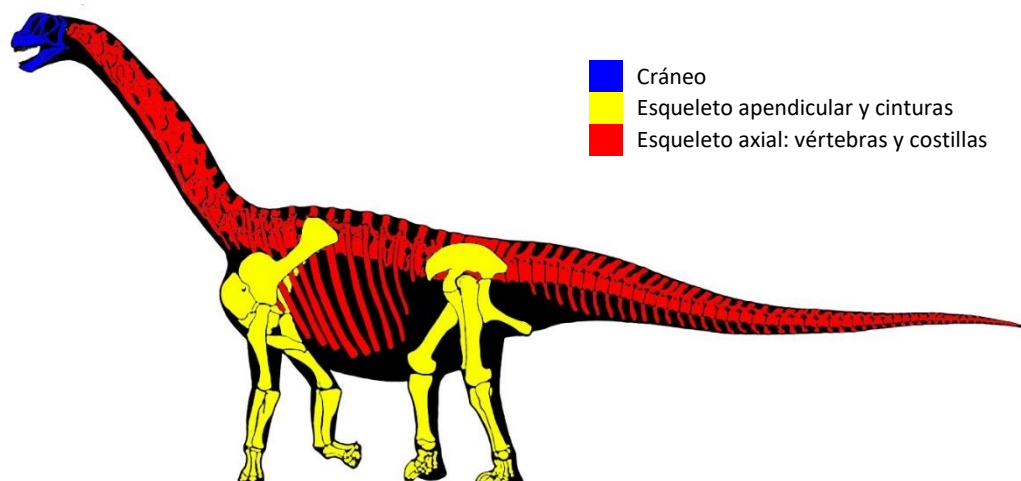


Figura 5 División anatómica ósea de los Saurópodos Titanosaurios.

Se separan de esta forma para llevar un orden en el momento de trabajar en la especie y saber que tipo de fósil tratamos en cada momento, ya que uno u otro pueda ser más o menos sensible, pueda ser hueco o macizo, etc.

En este caso se trabajará sobre material apendicular, huesos que componen las extremidades y cintura escapular y pélvica, específicamente un fémur.

El fémur es el hueso más largo, fuerte y voluminoso de los vertebrados. Se encuentra en los cuartos traseros, en el segmento que va desde la cadera pélvica a la rodilla.

Se caracteriza por ser un hueso largo y delgado, dividido en dos partes, diáfisis y epífisis (superior e inferior) :

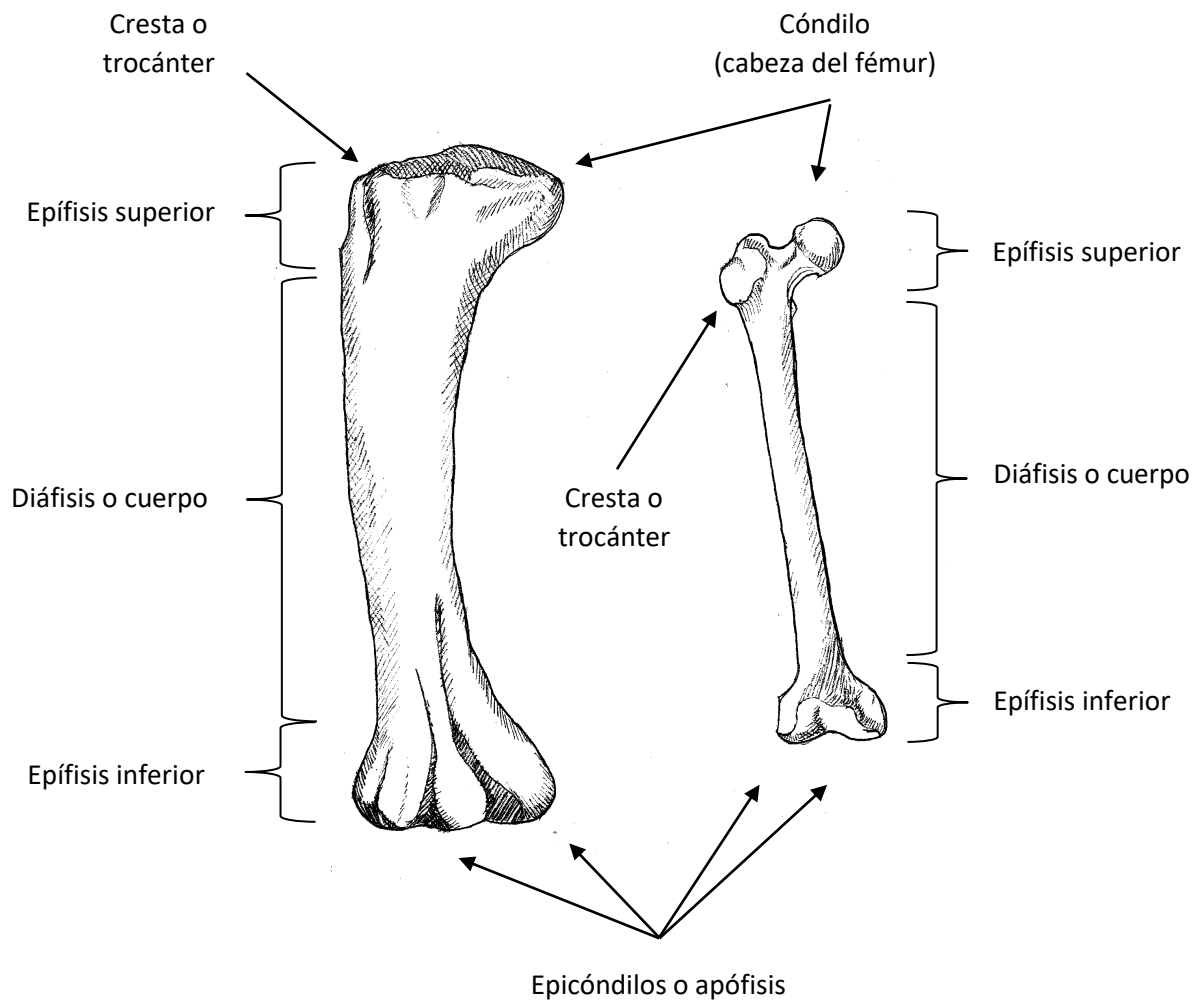


Figura 6. Esquema comparativo de fémur de saurópodo titanosaurio (izquierda) y fémur humano (derecha). Se muestran las principales partes de un fémur.

La diáfisis es el cuerpo del fémur, la parte central del hueso, y las epífisis sus extremos, donde se encuentran los cóndilos (prominencia redondeada que forma una articulación que se encaja en el hueco correspondiente a otro hueso, por ejemplo, la inserción del fémur en la tibia). Otra parte del fémur que ayuda a reconocer su orientación son las crestas o trocánteres, situado en la epífisis superior y la diáfisis. Gracias a esto, en el caso de la pérdida de los cóndilos, podríamos orientar el fémur para saber cuál es su posición en el dinosaurio.

CAPÍTULO II: Estudio técnico

Todos los estudios previos van encaminados al tratamiento de un fémur de Sauropodo Titanosaurio, que es una pieza de gran interés científico, ya que además del propio fémur este contiene rastros de actividad biológica de insectos necrófagos. Por lo que además de la conservación general del fémur hay que mantener las marcas, aunque fueran microscópicas de la actividad de estos animales. Dentro de su importancia tiene una serie de afecciones que habrá que tratar y controlar para su correcta conservación.

2.1. Identificación

FICHA IDENTIFICATIVA DE BIENES PALEONTOLÓGICOS	
YACIMIENTO	LO HUECO ARCAS, FUENTES, CUENCA AVE: CM-CLM-CV
SIGLA	HUE-1209
Nº CAMPO	G1-2902
UBICACIÓN ACTUAL	UCM: Taller de conservación de bienes arqueológicos
EJEMPLAR	SAURÓPODO TITANOSAURIO
DETERMINACION	FÉMUR
MEDIDAS	94,8 x 28 x 14,4 cm
FECHA INICIO	02/11/2007
FECHA FINAL	10/06/2017




Tabla 3. Ficha identificativa de bienes paleontológicos. Fémur de Saurópodo Titanosaurio.

2.2. Estado de conservación

El estado de conservación de un fósil está estrechamente vinculado a

- Las características del propio organismo fósil.
- El tipo de suelo en el que está enterrado.
- Los procesos geológicos de la sedimentación.
- Las condiciones de su extracción y almacenamiento.

La pieza está en un estado estable, dentro de la fragilidad propia del fósil. Es de difícil manipulación debido a su peso. Dentro de aparentar una estructura estable y fuerte, es el material arcilloso interno el que lo hace extremadamente frágil, ya que estos reaccionan

con los cambios de humedad y temperatura, haciendo que se contraigan y dilaten, expandiéndose de tal forma que llegan a quebrar el fósil. La forma de manipulación queda limitada, El fémur ha tenido un tratamiento de extracción y de limpieza previo, siendo estos los tratamientos aplicados sobre el mismo:

- Extracción de la gasa protectora con papeta de pulpa de papel en acetona.
- Eliminación de matriz de arcilla mecánicamente.
- Inicio de tratamiento de limpieza con Carboximetil celulosa en agua.



Figura 7. Desengasado del fémur.



Figura 8. Estado inicial del fémur. Eliminación de matriz arcillosa.

AGENTES DE DETERIORO:

1. Intrínsecos:

- Estructura:

La estructura del fósil se encuentra deformado e incompleto ya que por procesos tafonómicos ha perdido las epífisis.

Las epífisis se perdieron tras el ataque de los insectos, de los cuales se observan los caminos que dejaron al alimentarse.

Por lo tanto, tenemos un fémur, parcialmente estable, con el que hay que tener especial cuidado en las zonas de tensión.

- Hierro:

Presenta una extensa costra de mineral de hierro que cubre la superficie del periostio, además de en zonas puntuales.

- Arcillas:

Contiene arcillas en su interior y conserva restos de arcilla por toda la superficie. Se debe llevar especial cuidado con las arcillas que se encuentran en grietas y fracturas ya que hacen de unión entre fragmentos, estas deberán ser respetadas, además de la arcilla que rellene los caminos dejados por los insectos.

- Yesos:

Es posible encontrar zonas donde hay acumulaciones y cristalización de yesos. Las capas de yeso pueden tirar del periostio, perdiendo parte legible del mismo, por lo tanto, se debe respetar en las zonas donde sea causa de pérdida.

- Fisuras y grietas:

Localizada una grieta grande pero estable, además de otras más pequeñas en sus extremos producidas por capas de yesos.

2. Extrínsecos:

- Restos de adhesivo:

En zonas puntuales quedan aún restos del adhesivo que unía la gasa al fémur. Esta gasa fue eliminada en la anterior intervención, su función era dar estabilidad y evitar pérdidas tras su extracción en el yacimiento.

2.3. Comparativas con otros apendiculares

Para abordar la comparativa con los dos apendiculares del mismo yacimiento hay que hablar de la estructura material de los fémures.

Es un hueso largo, delgado, fuerte con una deformación de la estructura material, por aplastamiento, a lo que hay que añadir la cubrición de costras deformantes, incrustaciones, roturas, disgregación y pérdida.

La compactación del hueso es un aspecto a tener en cuenta. Este tipo de material suele ser de una gran porosidad debido a los ciclos de crecimiento de la especie. Los saurópodos son una especie que están en continuo crecimiento, por lo que poseen una estructura ósea muy porosa, lo que ayuda aligerar el peso de su estructura interna dado su gran tamaño, esto propicia la penetración de los distintos minerales según la tafonomía del yacimiento.

La presencia de fisuras o fracturas en el hueso, deben ser estudiadas y saber que agente de deterioro las está provocando o las activó.

A continuación, se exponen las fichas técnicas de los apendiculares que se van a comparar. Además de los datos identificativos de cada uno, se manifiesta el estado de conservación actual de cada uno, pudiendo observar que; en primera estancia, se aprecian distintas deformaciones, están rellenos de materiales diferentes y la costra tiene características dispares en todos ellos.

FICHA IDENTIFICATIVA

YACIMIENTO: LO HUECO ARCAS, FUENTES, CUENCA AVE: CM-CLM-CV

SIGLA: HUE-1209

Nº CAMPO: G1-2902

UBICACIÓN ACTUAL: UCM: Taller de conservación de bienes arqueológicos

EJEMPLAR: SAURÓPODO

DETERMINACION: FÉMUR

FECHA INICIO: 02/11/2007

FECHA FINAL: 10/06/2017



ESTADO DE CONSERVACIÓN:

Estructura:

- Deformación: Completa. Fracturada por deformación.
- Compactada: Rellena de arcilla.
- Fragmentada: No se encuentra fragmentada.
- Perdidas: Perdida de los extremos.
- Fractura: No contiene.
- Fisuras: Contiene fisuras puntuales.
- Incrustaciones: No contiene.

Costra:

- Hierro: Contiene costra de mineral de hierro no deformante, además de localización puntual.
- Yeso: Localización puntual de yeso en fracturas.
- Arcilla: Relleno y cubierto puntualmente de arcilla.

Tabla 4. Ficha identificativa. Fémur HUE-1209.

FICHA IDENTIFICATIVA

YACIMIENTO: LO HUECO ARCAS, FUENTES, CUENCA AVE: CM-CLM-CV

SIGLA: HUE-031-08

Nº CAMPO: 61-G-230

UBICACIÓN ACTUAL: UCM: Taller de conservación de bienes arqueológicos

EJEMPLAR: SAURÓPODO

DETERMINACION: FÉMUR

FECHA INICIO: 28/10/2007

FECHA FINAL: -



ESTADO DE CONSERVACION

Estructura:

- Deformación: Deformación por aplastamiento y deformación central por incrustación de yeso cristalizado.
- Compactada: Rellena de yeso.
- Perdidas: Perdida de los extremos.
- Fractura: Actualmente adherida.
- Fisuras: Reintegradas.
- Incrustaciones: Gran cantidad de incrustaciones de yeso.

Costra:

- Hierro: Localización puntual de mineral de hierro.
- Yeso: Relleno de yeso deformante, localizada en zonas puntuales y en fracturas.
- Arcilla: Localización puntual de mineral de hierro.

Tabla 5. Ficha identificativa. Fémur HUE-031-08.

FICHA IDENTIFICATIVA

YACIMIENTO: LO HUECO ARCAS, FUENTES, CUENCA AVE: CM-CLM-CV

SIGLA: HUE-1366

Nº CAMPO: G1-C-401

UBICACIÓN ACTUAL: UCM: Taller de conservación de bienes arqueológicos

EJEMPLAR: SAURÓODO

DETERMINACION: FÉMUR

FECHA INICIO: 5/11/2007

FECHA FINAL:



ESTADO DE CONSERVACIÓN:

Estructura:

- Deformación: Deformaciones leves por aplastamiento.
- Compactada: Rellena de arcillas.
- Perdidas: Se conserva principalmente completo.
- Fractura: Actualmente adheridas.
- Fisuras: Reintegradas.
- Incrustaciones: Contiene incrustaciones de yeso puntuales.

Costra:

- Hierro: Contiene una costra de mineral de hierro deformante y cubriente casi en su totalidad.
- Yeso: Contiene en zonas puntuales.
- Arcilla: Relleno de arcilla deformante, localizada en zonas puntuales y en fracturas.

Tabla 6. Ficha identificativa. Fémur HUE-1366.

CAPITULO III: Estudio de caracterización de los materiales de dos localizaciones distintas del yacimiento.

3.1. Introducción.

En este Capítulo se recoge el estudio de caracterización de los materiales de las muestras procedentes de dos localizaciones del yacimiento de Lo Hueco (Fuentes-Cuenca)

Dado el alcance limitado en tiempo de realización de este Trabajo de Fin de Grado y de disponibilidad en cantidad de los materiales a estudio, la caracterización realizada de los materiales de las dos muestras con que se ha trabajado es rigurosa en lo posible pero solo cualitativa en sus determinaciones.

El primer apartado recoge la descripción de la metodología preparativa de las muestras para los ensayos fisicoquímicos y las micro observaciones y determinaciones de composición a realizar. En una segunda parte se expone la base de instrumentación y equipos usados en las medidas realizadas y una serie de esquemas básicos sobre las características de las técnicas utilizadas.

El segundo apartado recoge los resultados de los diversos tipos de ensayos fisicoquímicos realizados, el registro de micro observaciones (MOLP y SEM) realizadas sobre los diversos tipos de preparaciones de las tres muestras inicialmente disponibles y los resultados elaborados partiendo de los datos de aplicación de las técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido y Espectrometría de Energías Dispersivas de Rayos X (SEM/EDX). Se recogen y analizan los resultados obtenidos de los registros hechos con la Técnica de Difracción de Rayos X sobre las muestras partiendo del uso de las metodologías preparativas denominada “DRX en modalidad de polvo” y en “modalidad de agregados orientados”.

El esfuerzo realizado en este trabajo ha ido acompañado de una revisión bibliográfica de las temáticas y subtemáticas con las que se ha trabajado.

Asimismo, es necesario indicar que este Capítulo forma parte de un trabajo comprendido en la temática de Conservación de Materiales Arqueológicos, en concreto el área de la paleontología, realizado en colaboración con la Universidad Complutense de Madrid, que se espera tenga continuidad. La discusión de los resultados obtenidos y las conclusiones generales y de detalle alcanzadas van orientadas a entender y aplicar las mejores opciones de conservación de los materiales paleontológicos estudiados de cara a su preservación en el medio y largo plazo. Esta última característica pone de manifiesto la necesidad de la ampliación de estos estudios.

Es conveniente indicar que este trabajo ha sido realizado como una aplicación en lo concreto de los conocimientos adquiridos en las asignaturas en las que el Departamento de Química de esta Universidad participa en el Grado de Conservación y Restauración, a saber, “Naturaleza de los Materiales”, “Factores de Deterioro” y “Técnicas de Análisis”.

3.2. Ensayos experimentales.

3.2.1. Preparativas de las muestras estudiadas.

Se ha trabajado con muestras procedentes de diferentes localizaciones del yacimiento de Lo Hueco (Fuentes-Cuenca), tienen una nomenclatura asignada tras la excavación, hecha en base a los bienes extraídos. Se procede a darle unas nuevas siglas o nomenclatura como muestras MA y MB. Se elabora una tabla identificativa que facilite las labores de estudio.

Muestras	
Nomenclatura de zona	Muestra
HUE-1209	M-A
HUE-08879	M-B

Tabla 7. Asignación de nomenclaturas para muestras de arcillas.

Partiendo de diferentes muestras sólidas se hicieron cuatro tipos de preparaciones:

- 1) Un molido de una pequeña cantidad de fragmentos. Éstas son las muestras de partida, muestras “crudas” sobre las que se realizaron parte de los estudios recogidos en este Capítulo sobre sus materiales componentes, a saber, ensayos analíticos, micro observaciones y determinaciones de composición.
- 2) Se prepararon por corte muestras cúbicas de aproximadamente 1 cm de arista a partir de trozos mayores de muestras en estado pétreo.
- 3) Se realizó una búsqueda de granos pequeños de minerales metálicos ferruginosos. Estos granos se encontraban de forma muy dispersa en las masas de mineral originalmente extraído de cada localización.
- 4) Separación de contenidos de arcillas de las muestras “crudas” para análisis específico posterior, por una granulometría en fase líquida.

A) . Preparativa de muestras en polvo:

Para la ejecución del primer procedimiento se utilizó un mortero de ágata, triturando durante 5 minutos una cantidad aproximada de unos 10 gr. de cada muestra. Tras cada utilización se limpió con alcohol etílico, para evitar la contaminación de una muestra con partículas residuales de la anterior. El resultado fueron diferentes muestras en polvo que se almacenaron en bolsa con cierre hermético para su posterior estudio.

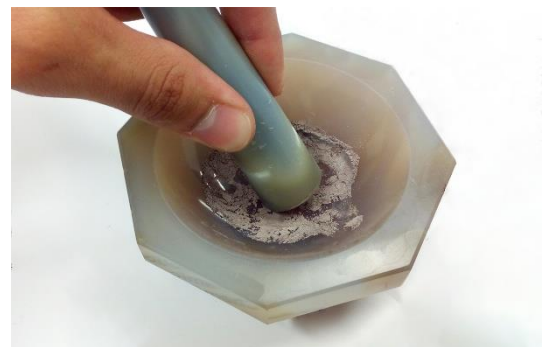


Figura 9. Molido de muestra de arcilla con piedra de ágata.

El objetivo de este procedimiento es facilitar las labores de análisis en Microscopía Electrónica de Barrido y Difracción de Rayos X, para una mejor identificación del tipo de materiales que se encuentran en el yacimiento, entre éstos de los materiales de arcillas.

B) Preparativa de muestras cúbicas:

En el segundo procedimiento se realizaron pequeñas muestras de 1 cm cúbico a partir de trozos más grandes. Para ello se utilizó herramienta multifunción, (estilo Dremel) con un disco de corte diamantado, y a base de desbastado se consiguió la forma final.

Con la preparativa de estas muestras se pretende tener la posibilidad de visualizar una superficie plana de las arcillas, así como obtener nuevas probetas para posteriores ensayos.



Figura 10. Muestras cúbicas.

C). Extracción de granos de mineral:

En el tercer procedimiento, se extrajeron granos de minerales metálicos para micro observaciones y realizar determinación de sus composiciones elementales globales. Al respecto véase Fig.11.



Figura 11. Extracción de granos de mineral metálico.

Esta búsqueda pretende determinar partículas que sean lo suficientemente apreciables a simple vista en el interior de los fragmentos de materiales extraídos. El objetivo de este estudio es conocer la tipología de mineral que contiene este material con apariencia de metal oxidado.

Estos granos son almacenados en conos de polipropileno con tapa hermética para estudios posteriores.



Figura 12. Colección de micropartículas de mineral metálico recogidas de los diferentes tipos de materiales estudiados.

D) Preparativa de suspensiones:

Para el cuarto procedimiento se prepararon suspensiones de las muestras “crudas” en tubos de ensayo conteniendo agua destilada hasta los $\frac{3}{4}$ de su volumen. Las cantidades de cada una de las muestras MA y MB ocuparon el fondo curvo de estos tubos, aunque su peso no fue exactamente el mismo dada su diferente composición inicialmente aceptada.

Se provocó la dispersión de los materiales de estas suspensiones por agitación en baño de ultrasonidos y en dispositivo agitatus, generándose así una disposición granulométrica a lo largo de las alturas de los tubos conteniendo estas suspensiones (5 minutos). Tras dejarlos en reposo (10 minutos) se observó la diferente densificación de las zonas de los tubos desde la base hasta la superficie de los mismos. Aceptando que la zona superior de estas disposiciones granulométricas en agua corresponden a las partículas de menor tamaño, inicialmente las arcillas, se extrajo con pipeta Pasteur estos volúmenes más clarificados de cada una de las suspensiones.



Figura 13. Ultrasonidos.

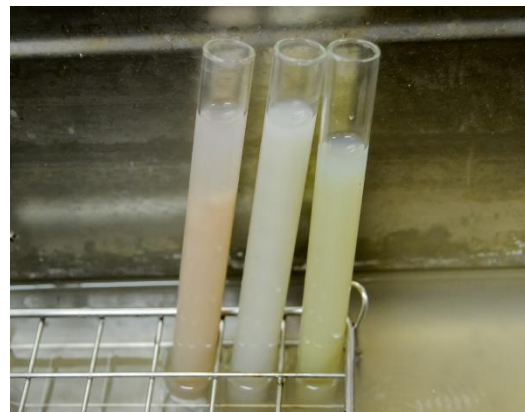


Figura 14. Tubos de ensayo con soluciones arcillosas.

De estos volúmenes pipeteados se colocaron 10 gotas aproximadamente sobre placas de vidrio del tipo de las usadas para preparaciones en Microscopía Óptica. Se dispusieron inicialmente 4 placas para cada tipo de muestra extraída por pipeteo para su posterior aplicación en la determinación del tipo específico de materiales de arcillas contenidas en los materiales de las muestras MA y MB

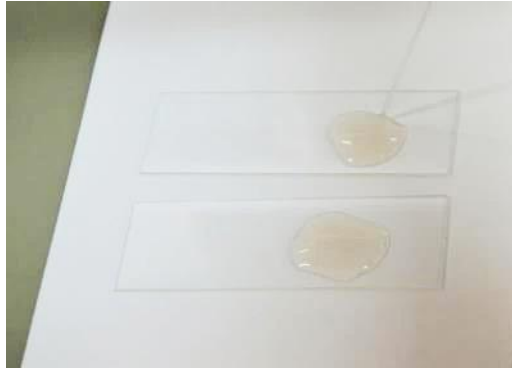


Figura 15. Pipeteado de agregados orientados sobre placa de vidrio.

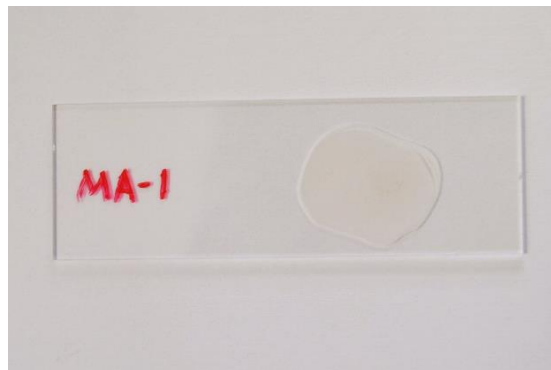


Figura 16. Muestra de agregado orientado seca.

Se dejaron secar al aire y cuando estuvieron completamente secas se prepararon tres obleas de cada muestra. Los tratamientos aplicados fueron los siguientes:

- 1) Calentamiento con mufla Selecta (200°C) a 105°C
- 2) Calentamiento en horno GALLUR, de alcance hasta 1300°C, con controlador de temperatura EUROTHERM modelo 808, a 500°C durante 2 horas.
- 3) Exposición en atmosfera saturada de Etilenglicol en desecador colocado en mufla a 60°C.

3.2.2. Tipos de ensayos básicos usados

Fueron de tres tipos, medidas de pH, ensayos de detección de carbonatos y colorimetría.

Medidas del pH en suspensión de muestras de materiales “crudos”:

Las medidas de pH realizadas tienen como fin conocer el grado de acidez medio de los materiales “crudos”, en medio acuoso.

Para realizar las medidas de pH se utilizaron las mismas muestras crudas en polvo. Se prepararon suspensiones de 0,1g de cada material en 10 ml de agua destilada, y con ayuda del pH-metro con celda y sonda de temperatura se midió el pH. Inicialmente se midió el pH del agua destilada y posteriormente de las suspensiones. Para realizar una correcta medición se debe agitar antes la solución, luego introducir la celda y la sonda en el recipiente y esperar a que la medición se estabilice en un valor. Después de cada medición se debe enjuagar la celda y la sonda para no dar valores erróneos en la siguiente medición.



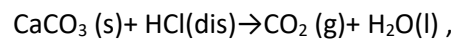
Figura 17. pH-metro con celda y sonda de temperatura (izquierda). Medición de pH de la solución de arcilla de muestra MA (derecha).

Detección de carbonatos en las muestras “crudas” originales:

Se procede a realizar un ensayo para determinar la presencia de carbonatos en las mismas.

Este procedimiento se emplea en Química Analítica básica para localizar carbonatos en sólidos. Consiste en la preparación de una disolución de ácido clorhídrico (HCl) en agua en una proporción de 1/10 vol. (-1ml HCl + 10ml de agua destilada).

La presencia de carbonatos se ve reflejada por la reacción del CaCO_3 con HCl, liberando CO_2 en forma de burbujas:



válido de forma similar para otros carbonatos (dolomita, y dolomita ferrosa).

La realización de este ensayo se hizo en la forma siguiente:

En diferentes portas de vidrio se colocaron una pequeña porción de las muestras “crudas” sobre las que se añadieron de 2 a 3 gotas de la disolución anteriormente preparada (de HCl + H_2O destilada). Para una mejor visualización de la reacción, se utilizó un microscopio digital conectado a un ordenador, en el que posteriormente se realizaron capturas de imágenes de cada una de las muestras. Ver Figuras adjuntas en apartado de Resultados.

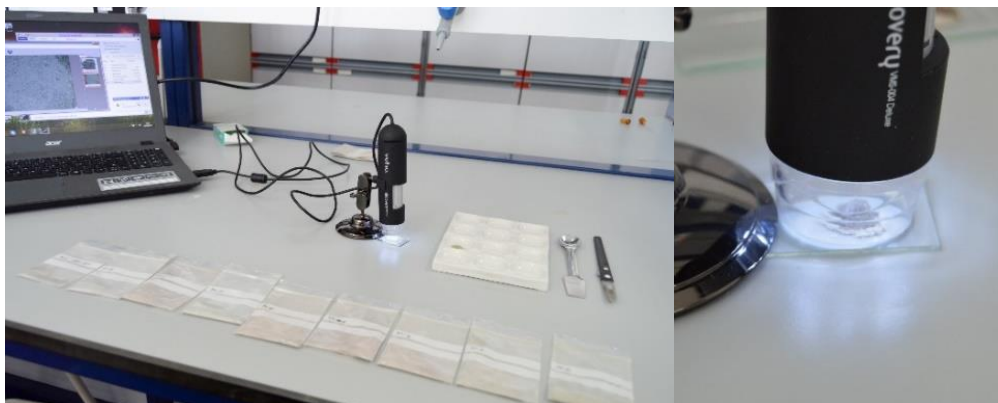


Figura 18. Observación con microscopio óptico digital.

Registro del color en las muestras estudiadas. Colorimetría en código CIELab:

Con las pruebas de colorimetría queremos determinar los colores presentes en las muestras. Sabemos que hay colores que son característicos de diferentes tipos de minerales por lo que este estudio complementa la información aportada por los análisis correspondientes.

El espacio de medida CIELAB usa magnitudes colorimétricas derivadas de valores triestímulo. Trata de imitar la observación real a partir de coordenadas dispuestas en una esfera de color. Este medio de medida utiliza tres parámetros fundamentales, L^* , a^* y b^* .

L^* es el nombre que recibe la claridad y toma valores entre 0 (negro) y 100 (blanco). Los parámetros a^* y b^* forman un plano perpendicular a la claridad, su posición entre rojo y verde ($-a^*$, indican verde mientras que $+a^*$ indican rojo) y su posición entre amarillo y azul ($-b^*$, valores azul y $+b^*$ indican amarillo).

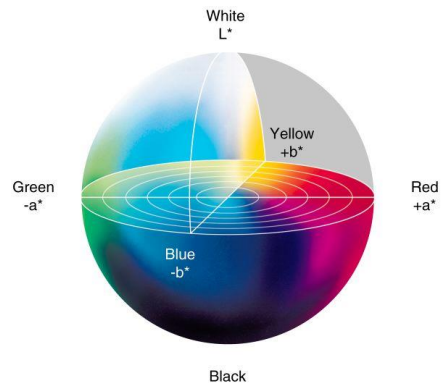


Figura 19. Esfera de interpretación CIELab.

Para la medición de estos parámetros se utilizó un colorímetro Precise Color Reader TCR 200



Figura 20. Colorímetro Precise Color Reader TCR 200.



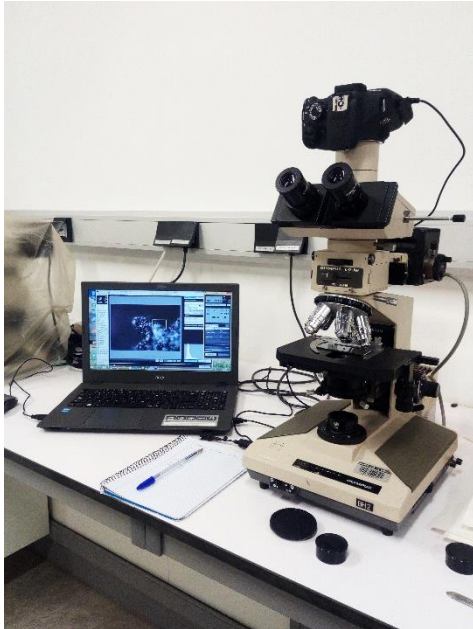
Figura 21. Medición de color de muestra en polvo.

3.2.3. Esquema básico de las técnicas de observación y medida usada.

A) Microscopía con luz polarizada (MOLP):

Uno de los métodos de observación utilizados para analizar las características físicas de las arcillas es la Microscopía Óptica con Luz Polarizada (MOLP). Con este método de análisis se pretende encontrar tanto similitudes como diferencias en las distintas muestras de arcilla, además de estudiar la morfología de los posibles granos de mineral encontrados en su interior.

Para llevar a cabo este estudio se utilizó el microscopio Olympus BH-2. Este microscopio cuenta con un revolver con diferentes lentes de aumentos, a saber, 5x, 10x, 20x, 50x y 100x, también tiene incorporado dos fuentes de iluminación de tipo incandescente una superior para la iluminación directa, y otra inferior para la iluminación transmitida. Contiene un juego de lentes entre las que se encuentra el polarizador, que nos permite dirigir los haces de luz en



una misma dirección, favoreciendo la saturación de los colores, un mecanismo de movimiento con patillas rotativas que permiten un desplazamiento en el eje x e y, tornillos macrométricos y micrométricos que permiten el movimiento en el eje z, haciendo posible el enfoque de la muestra a visualizar. Dispone de dos visores oculares en la zona superior con los que poder observar de forma directa la muestra, además de la posibilidad de acople de una cámara DSLR que contenga un software de control remoto por ordenador.

Para realizar las capturas de imágenes se utilizó una cámara DSLR Canon EOS 760D acoplada al tubo de observación, conectada a su vez a un ordenador portátil, donde se ajustaban los parámetros y el disparo mediante el software propio de la casa Can

Figura 22. Microscopio Óptico de Luz Polarizada Olympus BH-2 con cámara DSLR acoplada conectada a un ordenador.

B) Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Espectroscopía de Energías Dispersadas de Rayos X (EDX):

Se recurre al análisis con Microscopía Electrónica de Barrido y Espectroscopía de Energías Dispersadas de Rayos X con el fin observar la morfología de las arcillas y determinar su composición elemental. (“además de un pequeño análisis de los granos de mineral extraídos de las mismas”).

Se procedió al análisis de SEM y EDX en el Servicio General de Apoyo a la Investigación (SEGAI) de la ULL. El SEGAI contiene un equipo de microscopía electrónica JEOL JSM 63000 (SEM) con Microanalizador acoplado de Energías Dispersivas de Rayos X (EDX) Oxford 6699 ATW.

Un equipo de SEM consta de una columna que contiene en su interior lentes electromagnéticas, estas concentran el haz de electrones procedente de un filamento incandescente, acelerados por un campo eléctrico y enfocados a la muestra. Al no trabajar con un haz de luz (fotones) sino con un haz de electrones las muestras deben ser conductoras para poder visualizarse, por esto se aplica una fina capa de grafito sobre las muestras.



Figura 23. JEOL JSM 63000 (SEM) con Microanalizador acoplado de Energías Dispersivas de Rayos X (EDX) Oxford 6699 ATW.

Las muestras se montan sobre un portamuestras especial para el equipo de análisis con una pieza de cobre adjunta que sirve para calibrar el sistema. El barrido de haz electrónico se aplica inicialmente a esta probeta de referencia y posteriormente es aplicado sobre las muestras de arcillas, recogiendo vistas globales y vistas específicas de las mismas, ampliando o disminuyendo los aumentos para afinar más en los resultados.



Figura 24. Portamuestras.

Próximo a la muestra se encuentra el detector de electrones secundarios, la función de este detector es registrar los electrones que impactan en su superficie según su energía y número de impactos (cps), siendo los electrones secundarios aquellos eyectados de la muestra al ser impactados por los electrones de haz incidente. Paralelo a esto se genera una imagen en barrido en la pantalla de registro, asimismo, el sistema detector de RX registra la energía de estos fotones y su abundancia generando el espectro de EDX. Este sistema de análisis genera un espectro con valores de energía registrados y disponibles en la base de datos del software que son expresados tras la señal EDX. Corresponden a las transiciones características de los electrones desde las capas más externas a las más internas de cada tipo de átomo al ser excitados por el barrido de haz de electrones primarios. Se determinan así los principales elementos presentes en las muestras.

El sistema necesita de un vacío hasta un orden de 10^{-5} mbar (de no haber vacío los electrones chocarían con las moléculas del aire provocando su dispersión y por tato disminuyendo la energía e intensidad del haz), un sistema de refrigeración y un sistema de suministro electro programado con diversas aplicaciones.

Los parámetros operativos usados por el SEGAI en el análisis de SEM/EDX se recogen en el Anexo I

C) Difracción de Rayos X (DRX):

La técnica de análisis de Difracción de Rayos X (DRX) consiste en la incidencia de un haz de rayos X sobre una muestra, con componentes cristalinos supuestos. La interacción entre el vector eléctrico de la radiación X y los electrones de la materia que atraviesa dan lugar a una dispersión. Al producirse la dispersión tienen lugar las interferencias (constructivas o destructivas) entre los haces de rayos X dispersados, ya que las distancias entre los centros de dispersión, los átomos componentes de las sustancias cristalina de la muestra en polvo, son del mismo orden de magnitud que la longitud de onda de a radiación (1.54\AA del $\text{CuK}\alpha$).

El resultado da lugar a un patrón de intensidades que puede interpretarse según la ubicación de los átomos en el cristal, por medio de la ley de Bragg, la cual postula que, cuando un haz de

rayos x incide sobre la superficie de un cristal formando un ángulo θ , una porción del haz es dispersada por la capa de átomos superficial; la porción no dispersada del haz penetra en la segunda capa de átomos donde, nuevamente una fracción es dispersada y así sucesivamente con cada capa hasta una profundidad aproximada de 1000 nm, lo que la convierte en una técnica másica para análisis de materiales en fase. El efecto acumulativo de esta dispersión producida por los centros, regularmente espaciados del cristal, es la difracción del haz.

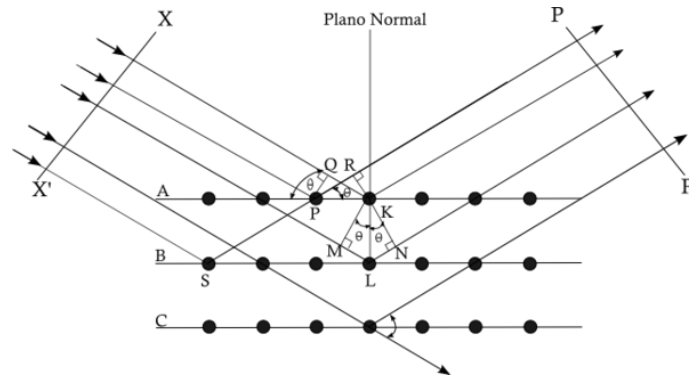


Figura 25. Esquema del fundamento de la Ley de Bragg de la Difracción de Rayos X. Imagen extraída de la red de Autor desconocido bajo licencia CC BY-SA

Interacción entre los rayos X y la estructura cristalina de un material:

Un haz estrecho de radiación choca con la superficie del cristal formando un ángulo θ , la dispersión tiene lugar como consecuencia de la interacción de la radiación con los átomos localizados en O, P y R. Se puede escribir que las condiciones para que tenga lugar una interferencia constructiva del haz que forma un ángulo θ con la superficie del cristal son:

$$n\lambda = 2 d \text{ sen}\theta$$

Donde n es un número entero que representa el orden de la difracción y d es la distancia interplantar del cristal. En esta ecuación llamada Ecuación de Bragg, hay que señalar que los rayos X son reflejados por el cristal sólo si el ángulo de incidencia satisface la condición

$$\text{Sen } \theta = \frac{n\lambda}{2d}$$

Para todos los demás ángulos, tiene lugar interferencias destructivas.

$$d = \frac{n\lambda}{2 \text{ sen } \theta}$$

Los requisitos para la difracción de rayos X son dos:

- 1) El espaciado entre las capas de átomos debe ser aproximadamente el mismo (un múltiplo entero) que la longitud de onda de la radiación.
- 2) Los centros de dispersión deben estar distribuidos en el espacio de una manera muy regular.

Nuevamente, gracias al servicio ofrecido por el SEGAI. Se realizaron análisis sobre las muestras de arcillas con el **Difractómetro Pananalytical X-Pert** (SIDIX-SEGAI).



Figura 28. Difractómetro Pananalytical X-Pert (SIDIX-SEGAI).



Figura 26. Cámara de análisis DRX.

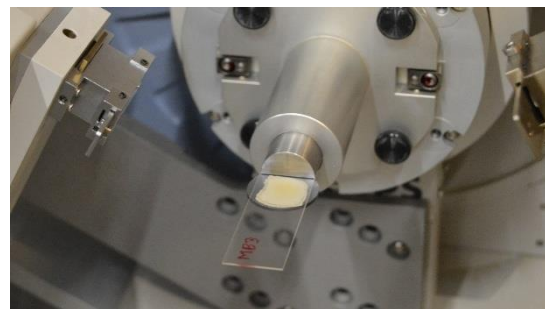


Figura 27. Detalle de posicionamiento de una placa de vidrio con agregados orientados en difractómetro.

Los parámetros operativos utilizados por el servicio de DRX del SEGAI se recogen en el Anexo I

3.3. Resultados obtenidos de los ensayos y analíticas realizados.

3.3.1. Localización de fragmentos de mineral de hierro en el interior de las arcillas.

La Tabla siguiente muestra los resultados de esta preparativa, determinando la cantidad de mineral de hierro que se encuentra en los fragmentos de cada muestra inicial extraída como valor medio sobre aproximadamente 5 a 8 gr. de las muestras originalmente extraídas.

Localización de mineral de hierro		
Muestra	Peso en gramos	Observaciones
M-A	0,041	Veteado esporádico
M-B ^I	0,194	Una gran diversidad de mineral. Localizados cuatro tipos en base a su color. Posibilidad de moler la muestra B ^{IV} para posibles analíticas.
M-B ^{II}	0,204	
M-B ^{III}	0,008	
M-B ^{IV}	0,366	
M-B ^{IV} Polvo	0,380	

Tabla 8. Localización de mineral de hierro y cuantía en gramos.

3.3.2. Resultados de los ensayos básicos usados.

Medidas de pH.

Los resultados de pH de las suspensiones de las muestras crudas se recogen en la siguiente

MEDIDAS DE pH			
MUESTRA	Medida	pH	
Agua destilada	10 ml	6.22 ± 0.1	6.30 ± 0.1
M-A	0,1030 g	8.00 ± 0.1	
M-B	0,1028 g	7.85 ± 0.1	

Tabla 9. Medidas de pH.

Las dos muestras del yacimiento de Lo Hueco muestran un pH coincidente de (7.9 ± 0.1)

Localización de carbonatos:

El resultado de las pruebas de carbonatos se recoge en la siguiente tabla:

Presencia de Carbonatos		
Muestra	M-A	M-B
CaCO ₃	Si -	Si +

Tabla 10. Presencia de carbonatos.

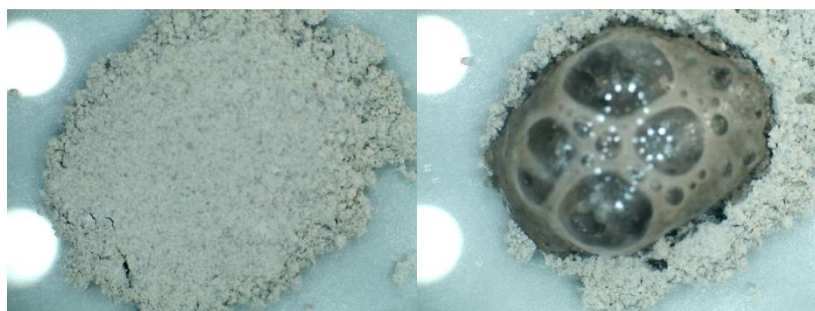


Figura 29. Muestra cruda antes y después de adición de la disolución acuosa de HCl. Vista a 40x.

Resultados de colorimetría:

Se realizaron pruebas de colorimetría sobre probetas cortadas en forma cúbica de cada una de las muestras, sobre porciones de las muestras crudas en polvo y sobre muestras de agregados orientados procedentes de cada una de las muestras estudiadas. Los valores obtenidos por el colorímetro fueron interpretados por un software y traducidos al código RGB, así es posible sacar la gama cromática que se observa a continuación. Estos fueron los valores obtenidos:

Colorimetría sobre muestras cúbicas				Colorimetría sobre muestras en polvo			
Muestra	L	a	b	Muestra	L	a	b
M-A	66.60	-0.30	1.26	M-A	70.35	1.92	4.26
M-B	71.54	0.49	1.96	M-B	72.34	-0.06	3.90

Tabla 11. Colorimetría de muestras cúbicas y muestras en polvo.

Estas coordenadas colocadas en la esfera de coordenadas CIELab se corresponden a las tonalidades siguientes.

Colorimetría sobre muestras cúbicas		
Muestra	Nº	RGB
MA	1	
MB	2	

Tabla 12. Colorimetría sobre muestras cúbicas.

Colorimetría sobre muestras en polvo		
Muestra	Nº	RGB
MA	3	
MB	4	

Tabla 13. Colorimetría sobre muestra en polvo.

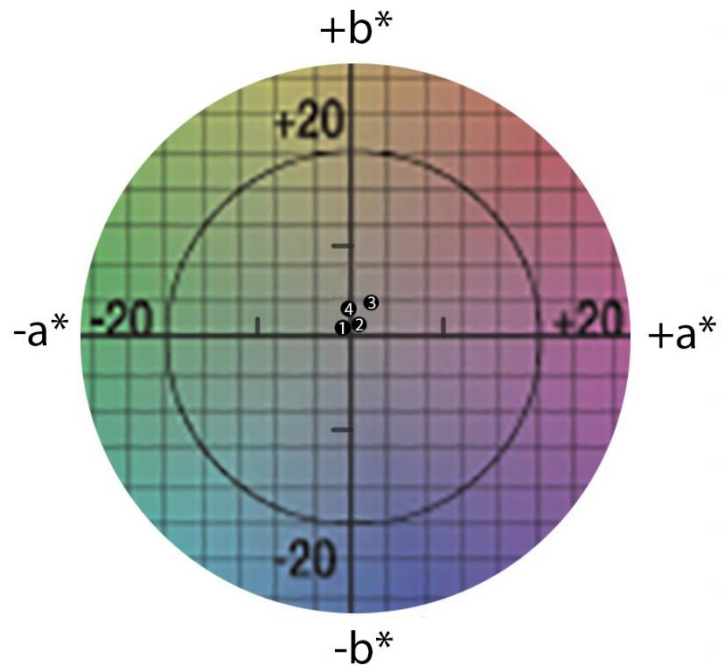


Figura 30. Interpretación por coordenadas CIELab.

Colorimetría sobre agregados orientados												
	A.O. Crudo				A.O. Tratto a 105°C				A.O. Tratto a 500°C			
	L	a	b	RGB	L	a	b	RGB	L	a	b	RGB
MA	82.41	1.38	-1.47		82.79	1.22	-1.63		83.57	1.68	1.14	
MB	82.72	0.20	-0.34		79.04	0.66	2.14		78.66	3.93	14.81	

Tabla 14. Colorimetría sobre agregados orientados.

Las tablas de las muestras MA tanto en probeta cúbica, en polvo o como en agregados orientados tiene una tonalidad gris-rojiza, la MB un gris total La muestra de agregados orientados calentados a 500 °C varían la tonalidad posiblemente por la acción térmica del horno.

3.3.3. Esquema básico de las técnicas de observación y medida usada.

Se han utilizado tres tipos de técnicas, a saber:

- A) Microscopía Óptica con Luz Polarizada (MOLP)
- B) Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) con Espectrometría de Energías Dispersivas de Rayos X (EDX)
- C) Difracción de Rayos X

Resultados Microscopía Óptica con Luz Polarizada (MOLP):

Micro observaciones realizadas con microscopio óptico con luz polarizada (MOLP) con cámara fotográfica incorporada.

Las siguientes Figuras recogen las microfotografías de MOLP de muestras MA y MB cúbicas. Se observa la topografía y tonalidad media de color diferenciada entre ellas. Estas Figuras son la referencia superficial de estas muestras sobre las que se han tomado medidas de color que se exponen en la Tabla 12.



Micro observaciones realizadas con microscopio óptico con luz polarizada	
MA a 50x con tonalidad media:	
En la muestra MA se localizan pequeños fragmentos dispersos de lo que parece mineral de hierro, esta observación se debe al color rojo de las partículas.	
MB a 50x con tonalidad media:	
En la muestra MB se observa que hay más saturación de partículas de regulares que dan una tonalidad grisácea. Se localiza también puntualmente pequeños fragmentos de color negro.	

Tabla 15. Micro observación con Microscopio óptico de con luz polarizada.

Resultado Microfotografías obtenidas con MOLP para partículas ferruginosas extraídas de las localizaciones MA y MB:

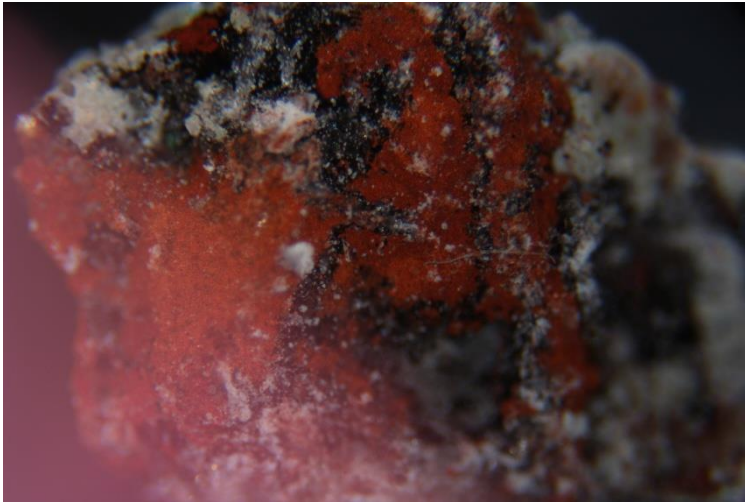


Figura 31. Microfotografía MOLP de partícula ferruginosa procedente de la localización MA. 50x.

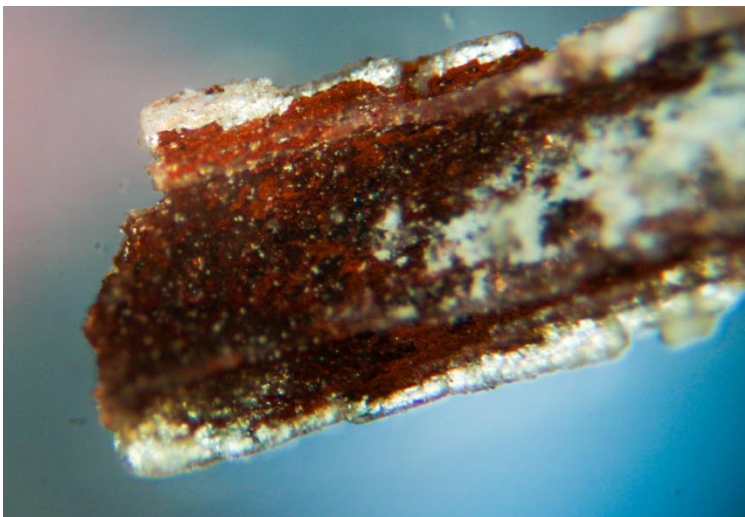


Figura 32. Microfotografía MOLP de partícula ferruginosa procedente de la localización MB. 50x.

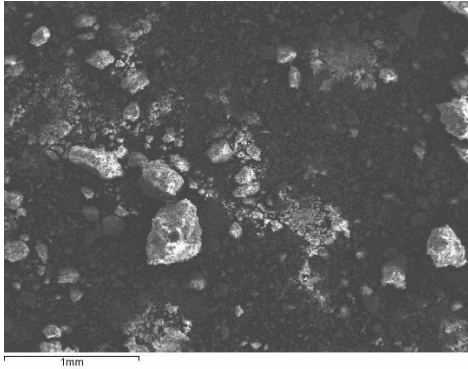
Las microfotografías obtenidas por MOLP anteriores muestran amplias áreas de apariencia ferruginosa, naranja-marrón, junto a otras basadas en otro material de su localización de yacimiento. Las áreas blanquecinas de apariencia yesíferas son características de los materiales de esta localización. En el Anexo II se recogen estas microfotografías en versión de imagen transmitida (Figuras 108 y 109).

Resultado de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) con Espectrometría de Energías Dispersivas de Rayos X (EDX)

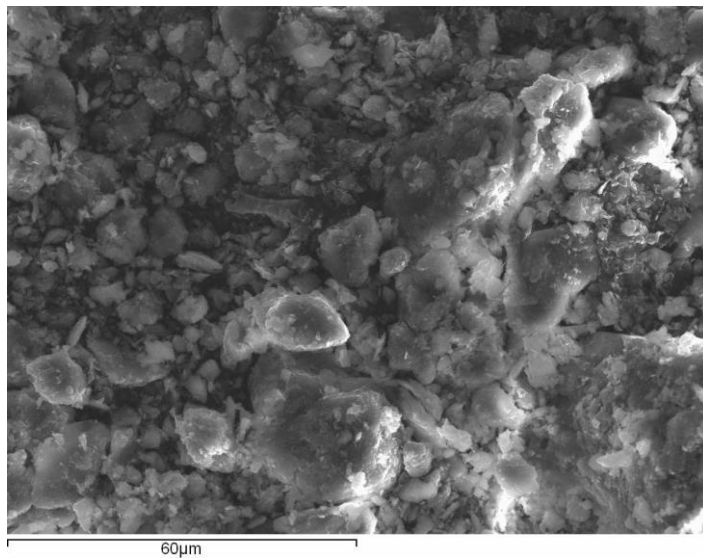
En este Subapartado se recogen los Resultados del estudio SEM/EDX hecho sobre Las muestras “crudas” y sobre las micropartículas de aspecto ferruginoso encontradas en la versión original de estas muestras, con distribución dispersa.

Estudio SEM/EDX de las muestras “crudas”

Muestra M-A: 35x y 1000x



Vista general de área mínima observable con el montaje de SEM utilizado. M-A2 35x



M-A1 a 1000x

M-A

Se observan dos tipos de formaciones, las superiores e inferiores a 10 µm. La composición elemental del área de la muestra mostrada en esta Figura se recoge en la Tabla siguiente:

Element	O K	Mg K	Al K	Si K	S K	K K	Ca K	Ti K	Fe K	Totals
Atomic%	62.96	1.11	8.12	21.77	0.21	1.93	1.94	0.27	1.69	100.00

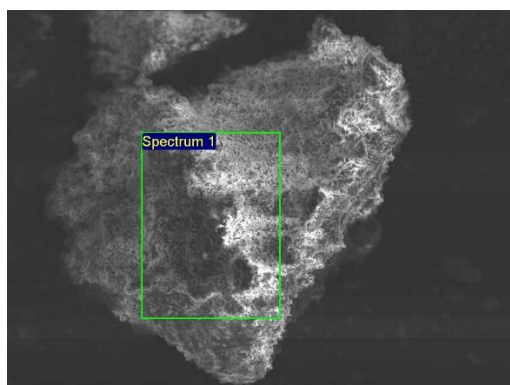
Las composiciones superiores a 1% son significativas y no accidentales. Las inferiores deben estimarse como localizadas y en el caso de inferiores al 0.2% como posibles errores de cálculo en la detección general de tipos de elementos en la superficie sobre la que se realiza el espectro EDX. Asimismo, son indicativas de forma general las proporciones siguientes:

$Si/Al=2.68$ y $Si/O=0.3457$,

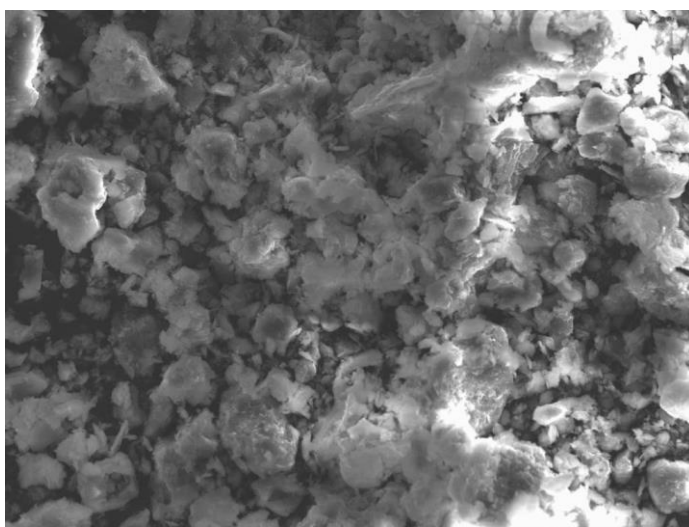
si bien no pueden asignarse a proporciones entre átomos típicos de compuestos exclusivamente de arcillas, dado su posible presencia en otros componentes de cada muestra.

Tabla 16. Estudio SEM/EDX muestra MA.

Muestra M-B: 150x SP y 1000x



Vista del espectro de un grano perteneciente a la M-B2 a 150x



M-B1 a 1000x

M-B2:

La primera microfotografía y cuantificación de espectro EDX recoge un grano de los observados en la anterior de esta muestra. Se observa que la composición es casi la misma a excepción de pequeñas diferencias (caso del % de Fe) y la presencia de trazas de Ti, ya observada en la muestra de la primera localización MA.

Element	O K	Mg K	Al K	Si K	K K	Ca K	Ti K	Fe K	Totals
Atomic%	64.68	2.40	7.50	17.53	1.73	3.61	0.33	2.22	100.00

Si/Al=2.34 Si/O=0.2710

M-B1:

En comparación con la muestra M-A véanse los valores de las dos razones indicadas y que los % de Si, Ca y Mg indicarán presencias relativas globales de los materiales componentes de estas dos localizaciones del yacimiento de Lo Hueco como claramente diferenciadas.

Element	O K	Mg K	Al K	Si K	K K	Ca K	Fe K	Totals
Atomic%	64.83	2.80	7.77	17.47	1.75	3.64	1.73	100.00

Si/Al=2.25 Si/O=0.2232

Tabla 17. Estudio SEM/EDX muestra MB..

Resultados SEM/EDX de las muestras ferruginosas encontradas en el volumen de los materiales de las zonas estudiadas del yacimiento

Se recoge a continuación las microfotografías SEM de una de las partículas de material ferruginoso encontrada en la muestra de extracción MA y MB. Incorporadas dentro de su respectiva tabla, se registraron espectros EDX de las dos localizaciones indicadas por los rectángulos verdes. En este caso se han denominado a las muestras como MAF y MBF, indicando las dos primeras letras el origen de las micro muestras analizadas y la F final indica el carácter ferruginoso de las mismas.

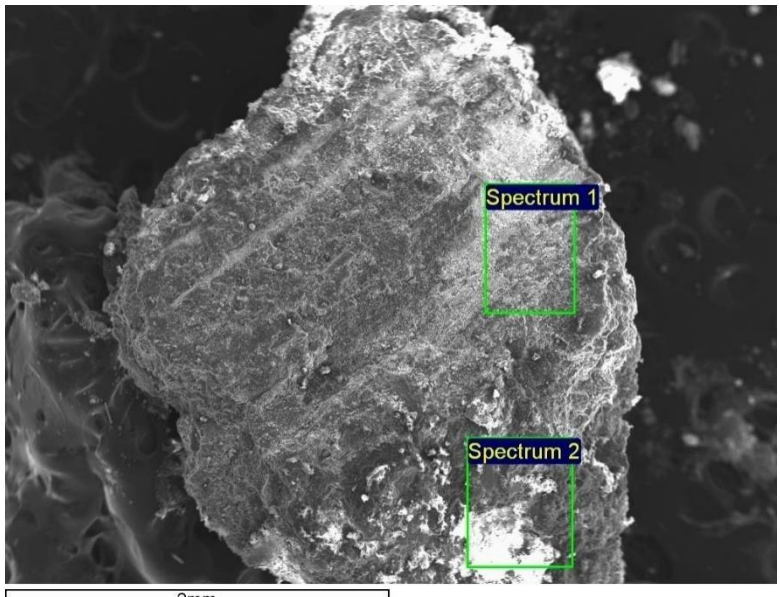
Muestra M-AF: 50x										
										
Muestra de micropartícula de material ferruginoso sacada de la muestra de localización MA (x50)										
<u>SP-1</u>										
Element	O K	Mg K	Al K	Si K	<u>S K</u>	K K	Ca K	Ti K	Fe K	Totals
Atomic%	57.19	0.86	5.89	13.91	0.51	1.01	1.55	0.35	18.73	100.00
<u>SP-2</u>										
Element	O K	Mg K	Al K	Si K	K K	Ca K	Ti K	Fe K	Totals	
Atomic%	63.45	1.24	7.96	21.09	1.83	2.35	0.31	1.78	100.00	

Tabla 18. Estudio SEM/EDX muestra MA-F

Muestra M-BF: 50x



Muestra de micropartícula de material ferruginoso sacada de la muestra de localización MB (x50)

SP-1:

Element	O K	Mg K	Al K	Si K	S K	Ca K	Ti K	V K	Fe K	Totals
Atomic%	54.07	0.59	1.64	3.12	3.24	3.53	0.62	0.19	33.00	100.00

SP-2:

Element	O K	Mg K	Al K	Si K	S K	Ca K	KK	Fe K	Totals
Atomic%	66.31	0.82	3.14	7.28	8.99	10.19	0.74	2.52	100.00

Tabla 19. Estudio SEM/EDX de muestra MB-F.

1) En la muestra MA se microfotografía una imagen de una parte de la partícula y se sacan espectros de una zona con aspecto ferruginoso y otra zona donde no parece tal. Los espectros EDX de la primera muestran un exceso de Fe y de la segunda un % de Fe bajo (2% o menor).

2) Lo mismo se hizo con la muestra MB obteniendo análogo resultado. Lo que confirma la presencia de material ferruginoso distribuido al azar en las masas de muestra extraídas de estas dos localizaciones.

Resultados del análisis Difracción de Rayos X (DRX)

Las Figuras siguientes muestran los difractogramas, Cuentas vs. d (espaciado, Å), obtenidos de la muestras MA, muestra cruda molida original, y de la muestras preparadas usando el método de los agregados orientados.

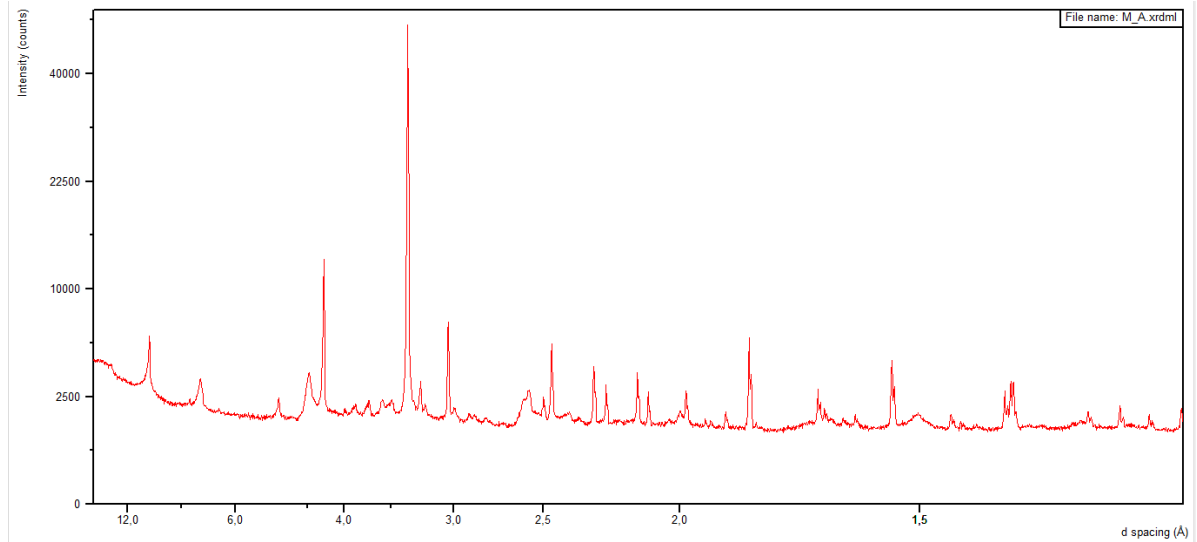


Figura 33. Difractograma de la muestra MA.

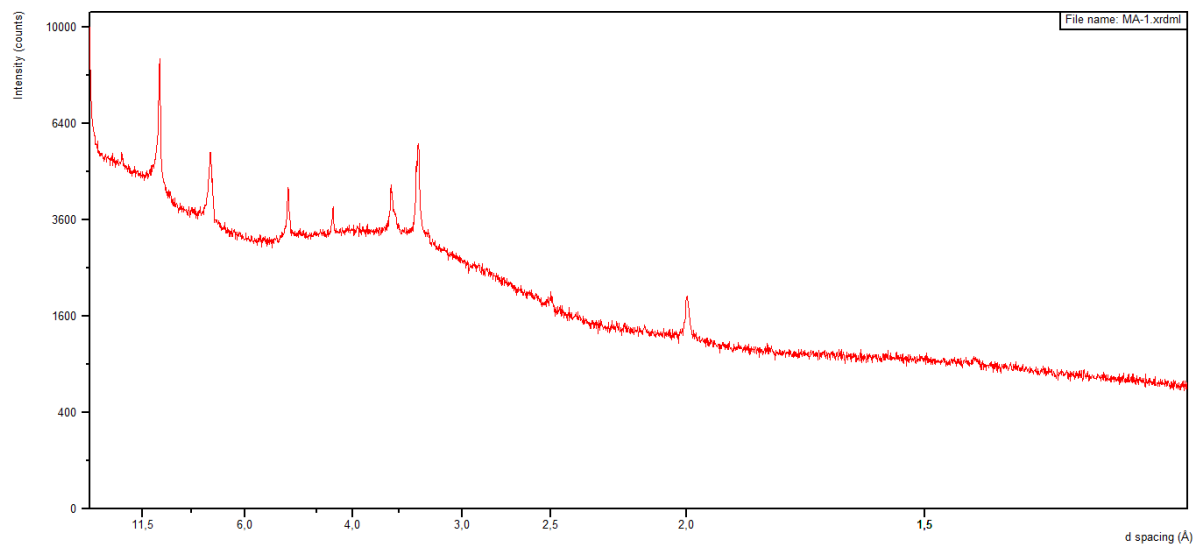


Figura 34. Difractograma de la muestra MA1.

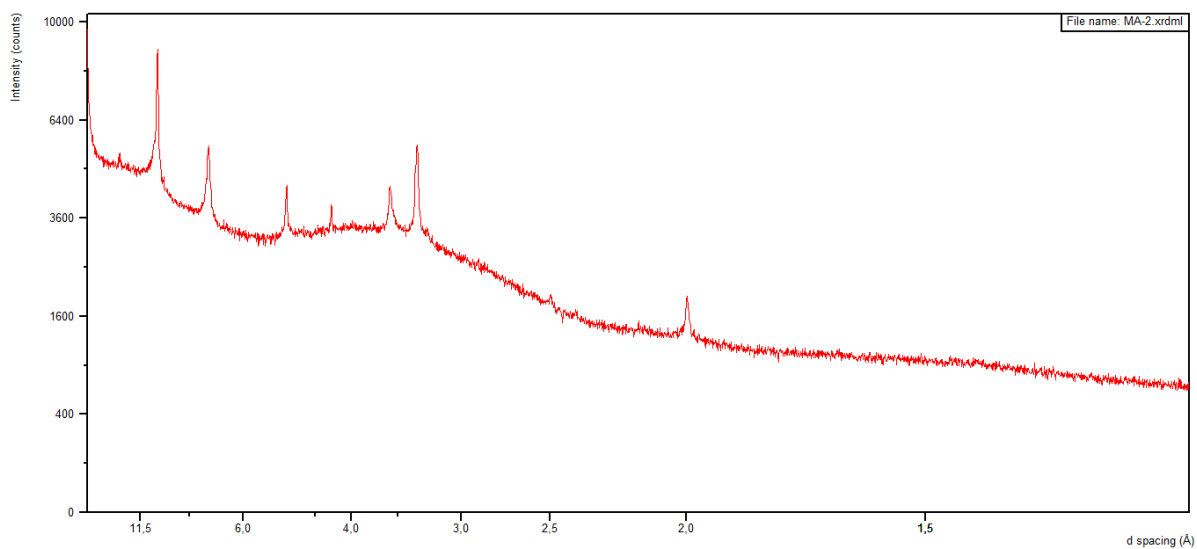


Figura 35. Difractograma de la muestra MA2.

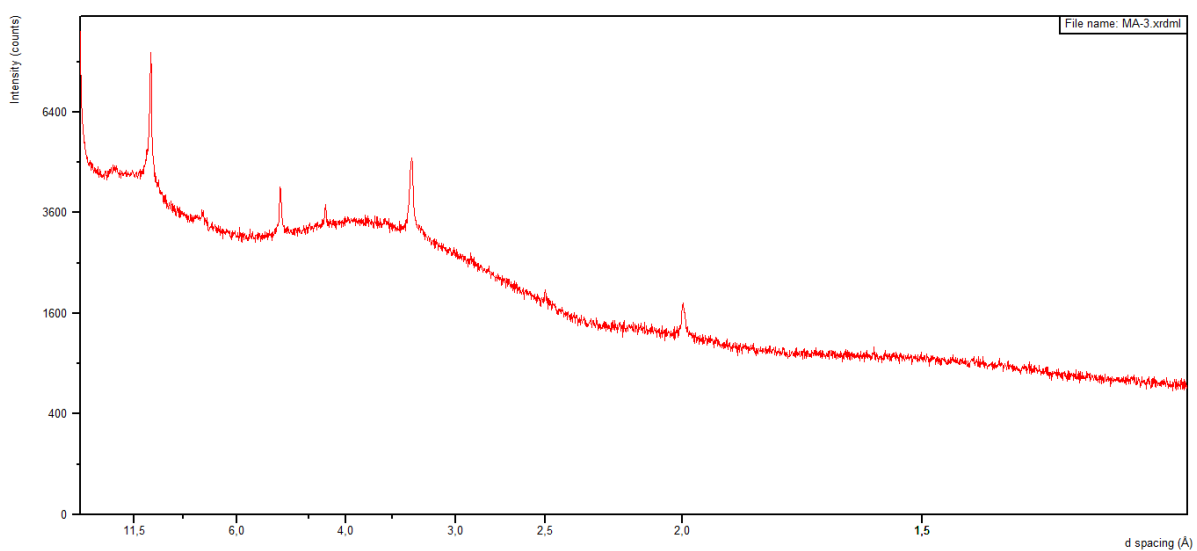


Figura 36. Difractograma de la muestra MA3.

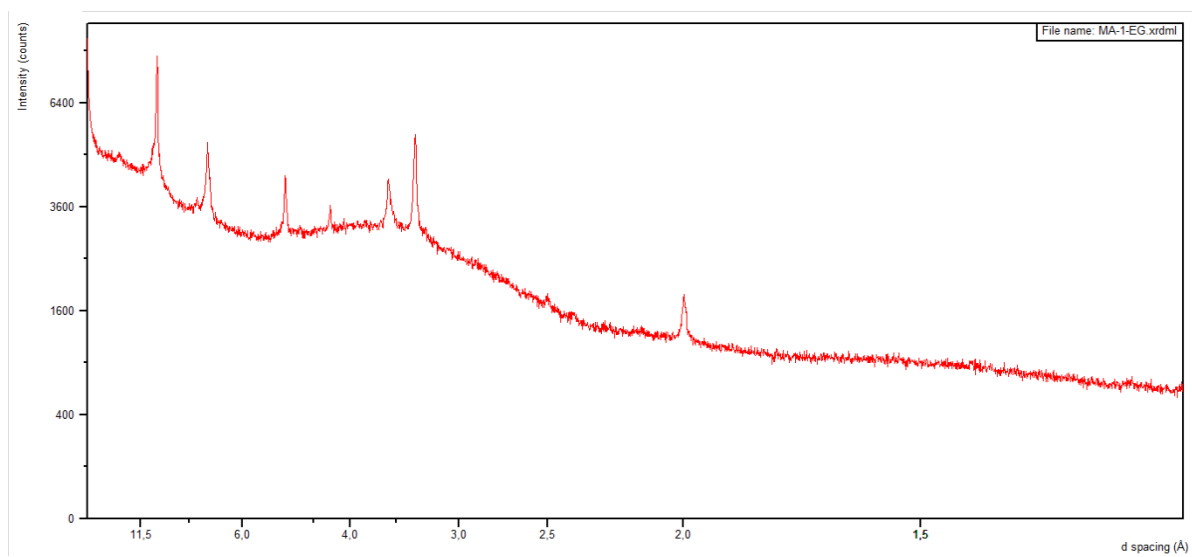


Figura 37. Difractograma de la muestra MA-1-EG.

El resto de las series de difractogramas para la muestra MB los correspondientes a los agregados orientados obtenidas de esta se recogen en el Anexo III.

Dado la cantidad limitada de estos materiales MA y MB, y el alcance limitado en el tiempo de este trabajo se ha optado por desarrollar este análisis sólo de forma cualitativa. Así se determinan las sustancias cristalinas presentes en las tres muestras crudas originales y de forma específica los componentes tipo arcillas que contienen, a partir de los picos de los difractogramas MA1 a MA1-EG de los anteriores obtenidos a partir de los correspondientes “agregados orientados”.

La curvatura de la línea base de los difractogramas MA-1 a MA-1-EG respecto a el difractograma MA pone de manifiesto la presencia significativa de especies amorfas en los tipos de materiales contenidos en éstas. Su menor magnitud de Intensidad en cuentas y la desaparición de picos significativos en estos 4 respecto del MA es consistente con la extracción de los materiales más pesados ya decantados de la suspensión a partir de la que se ha preparado por separación de la granulometría en líquido las muestras correspondientes a estos 4 difractogramas. A su vez de la cuantificación relativa de los picos del difractograma MA quedó de manifiesto que la fracción más ligera de la suspensión constituía los componentes minoritarios cuantitativamente en la muestra cruda MA.

La tabla siguiente recoge la asignación de picos de las muestras crudas, MA y MB Se observa la presencia mayoritaria de compuestos de la matriz del material de las zonas del yacimiento de las que proceden, son los componentes como la sílice (cuarzo), la calcita, la dolomita y la dolomita ferrosa, así como algunos óxidos.

En el análisis de asignación de los picos observados en los difractogramas de las diferentes muestras estudiadas se ha hecho con el Programa High Score y se ha tenido como referencia inicial la composición elemental de las muestras crudas de que proceden, obtenidas en el análisis EDX.

COMPUESTOS EN MUESTRAS CRUDAS: ANÁLISIS DRX						
GRUPO	COMPUESTOS	Fórmula	Nombre mineral,	d(Å)	MUESTRAS CRUDAS	
					MA	MB
OXIDOS	Silicon Oxide	SiO ₂	Cuarzo	3.3477	x	x
CARBONATOS	Calcium Carbonate	CaCO ₃	Calcita, Caolinita	3.8654	x	x
	Calcium Magnesium Iron Carbonate	CaMg _{0.46} Fe _{0.54} (CO ₃) ₂	Dolomita ferrosa	3.7104		x
SILICATOS	Aluminium Silicate Hydroxide	Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄	Caolinita	7.159	x	x
	Magnesium Silicate Hydroxide	Mg ₃ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂	Talco	14.2796	x	
	Potassium Aluminium Iron Aluminium Silicate Hydroxide	K ₂ (Al _{3.74} Fe _{0.26})(Al ₂ Si ₆ O ₂₀)(OH) ₄	Mica Muscovita,	9.998	x	x
	Iron Magnesium Silicate	(Mg _{0.928} Fe _{0.062})(Mg _{0.892} Fe _{0.088})Si ₂ O ₆	-	4.4713		x
	Calcium Silicate Hydrate	Ca _{1.5} SiO ₃ ·5H ₂ O	-	3.0408		x

Tabla 20. Compuestos en muestras crudas: Analisis DRX.

De las Tablas de Análisis globales de estos difractogramas (datos de intensidades relativas) se puede concluir que los componentes mayoritarios de estas muestras son la sílice (cuarzo), el conjunto de tipos de carbonatos observados en las dos muestras y algún óxido de hierro. El resto de componentes que son diferentes tipos de materiales tipo aluminosilicatos y relacionados se piensa que son los componentes ligeros tipo arcillas y se realiza su análisis de forma específica usando el método de los agregados orientados tras extraer las fases superiores (menos difusas) de las granulometrías en fase líquida.

La no asignación del tipo de mineral en algunos de los picos detectados se debe a que la base de datos usada, en este caso, no nos ofrece ese dato.

La temperatura y grado de humedad global del material en polvo analizado en las muestras crudas puede hacer variar la estabilidad cristalográfica de los materiales tipo aluminosilicatos, y que, al menos puedan ser adjudicadas las señales observadas en condiciones de un mayor grado de secado de estas muestras a otros compuestos con patrones cristalográficos disponibles en la base de datos usada.

Agregados orientados M-A		
MA1	d-(Å)	Mineral
	14.26	Vermiculita
		Clinocloro (Clorita)
	10.00	Mica Muscovita
	7.00	Dickita (Caolinita)
	5.00	Mica Muscovita
	4.26	Clinocloro (Clorita)
	3.57	Dickita (Caolinita)
	3.30	Mica Muscovita
	2.00	Mica Muscovita
MA2	d-(Å)	Mineral
	14.25	Clinocloro (Clorita)
		Vermiculita
	10.00	Mica Muscovita
	9.90	Mica Muscovita
	7.00	Dickita (Clorita)
	5.00	Mica Muscovita
	4.26	Clinocloro (Clorita)
	3.57	Dickita (Caolinita)
	3.33	Mica Muscovita
MA3	d-(Å)	Mineral
	14.00	Clinocloro (Clorita)
	10.00	Mica Muscovita
	7.00	Clinocloro (Clorita)
	2.00	Clinocloro (Clorita)
MA1-EG	d-(Å)	Mineral
	17.70	Inexistente
	14.25	Clinocloro (Clorita)
		Vermiculita
	7.10	Dickita (Caolinita)
4.23	Clinocloro	
Silicatos:		
Vermiculita: $Mg_3(AlSi_3O_{10})(OH) - 1 H_2O$ $Mg_3(AlSi)_4 O_{10}(OH)_2 - 4 H_2O$		
Clinocloro (Clorita): $Mg_3(Mg_2Al[AlSi]O_{10})(OH)_2 O_3$		
Dickita (Caolinita): $Al_2 Si_2 O_5 (OH)_4$		
Mica Muscovita: $(KAl_2)(Al,Si)_4 O_{10}(OH)_2$		

Agregados orientados M-B		
MB1	d-(Å)	Mineral
	14.00	Vermiculita
		Clinocloro (Clorita)
	10.00	Mica Muscovita
	7.10	Dickita (Caolinita)
	5.00	Mica Muscovita
	3.57	Dickita (Caolinita)
	3.50	Mica Muscovita
	3.30	Mica Muscovita
	2.50	Mica Muscovita
MB2	d-(Å)	Mineral
	14.00	Vermiculita
		Clinocloro (Clorita)
	10.00	Mica Muscovita
	7.10	Dickita (Caolinita)
	5.00	Mica Muscovita
	3.57	Dickita (Caolinita)
	3.50	Mica Muscovita
	3.30	Mica Muscovita
	2.50	Mica Muscovita
MB3	d-(Å)	Mineral
	14.00	Clinocloro de Fe
	10.00	Mica Muscovita
	7.00	Caolinita
	5.00	Mica Muscovita
	3.50	Mica Muscovita
	3.30	Mica Muscovita
	2.50	Mica Muscovita
	1.99	Mica Muscovita
	MB1-EG	d-(Å)
17.70		Inexistente
14.26		Vermiculita de Fe y Mg
10.00		Mica Muscovita
7.00		Dickita (Caolinita)
4.26	Vermiculita de Fe y Mg	
Silicatos:		
Vermiculita: $(Mg_{2.26}Fe_{0.48}Al_{0.16}) Mg_{0.32}(Al_{1.28}Si_{2.72}) O_{10}(OH)_2 - H_2O_{4.32}$		
Clinocloro de Fe: $(Mg,Fe,Al)_6 (Si,Al)_4 O_{10}(OH)_6$		
Mica Muscovita: $(KAl_2)(Al,Si)_4 O_{10}(OH)_2$		
Dickita (Caolinita): $Al_2 Si_2 O_5 (OH)_4$		

Los difractogramas correspondientes a las muestras MA1-EG y MB1-EG no muestran vestigio alguno de picos a espaciados de 17.7Å, lo que indica la no presencia de esmécticas, en concreto de las montmorillonitas que justificaban la realización de este 4º Ensayo por exposición a vapores de EtienGlicol sobre las muestras de agregados orientados procedentes de las muestras crudas MA y MB. En el Anexo IV se presenta una tabla en la que aparecen los picos detectados de Agregados Orientados de las series MA y MB

3.4. Discusión y análisis de resultados

Los resultados de las medidas de pH de las suspensiones acuosas de las muestras estudiadas muestran valores superiores hasta en 2-3 unidades de pH respecto al agua destilada utilizada en las suspensiones lo que muestra el carácter básico moderado de estos materiales.

La presencia de especies de carbonatos en las dos muestras estudiadas queda confirmada por los resultados de los ensayos realizados.

Los estudios colorimétricos realizados con los diversos tipos de preparativas realizadas sobre las muestras crudas confirman la observación a simple vista de las muestras crudas y de las suspensiones preparadas para las granulometrías en estado líquido. A saber, tonalidad rosácea en la muestra MA y gris en la MB.

El estudio SEM/EDX de las muestras con aspecto ferruginoso extraídas de las muestras crudas confirman la presencia de porcentajes de material de hierro típico de partículas de un mineral específico de este metal junto a presencia de hierro menor (1-2%) en las partículas con otro aspecto vecinas de las especialmente estudiadas.

Los resultados del estudio SEM/EDX de las muestras crudas muestran las morfologías específicas mostradas en la sección de resultados y las composiciones elementales recogidas en las Tablas de cuantificación de los espectros EDX registrados. De los espectros de zonas de micro observación globales se ha obtenido la composición elemental extensible a toda la muestra. De los análisis EDX de micropartículas distinguibles en las vistas SEM generales se ha determinado la presencia concentrada y localizada de algunos minerales singulares que a veces aparecen como trazas en los análisis EDX de zonas globales de las muestras estudiadas. Los análisis específicos de los resultados de los estudios SEM/EDX está tabulados y recogidos.

Todos estos datos de composición sirven como primera referencia en el posterior análisis de asignación de picos de los difractogramas obtenidos de cada tipo de muestra analizada, los de las muestras crudas y los de las muestras preparadas con la metodología de agregados orientados.

Los difractogramas de las muestras crudas permiten establecer las presencias de sílice (cuarzo) y de varios tipos de carbonatos como los componentes mayoritarios en dichas muestras. Siendo los componentes de tipo alumino-silicatos los minoritarios. Este tipo de estudio se realizó sólo en unas condiciones de humedad-temperatura de estas muestras, lo que pudiera relativizar las determinaciones de algunos de los componentes tipo silicatos minoritarios.

Otro tipo de estudios que convendría realizar es el de muestras patrón de los componentes determinados en este estudio de los tipos de muestras estudiadas, para realizar el estudio comparativo de las mismas en las mismas condiciones de nuestras muestras tanto las "crudas" como las preparadas como "agregados orientados" y quizás buscar la disponibilidad de difractogramas de estos patrones de estos tipos de arcillas en alguna base de datos u otra localización bibliográfica que permitiera incorporarla a una base de datos elaborada por nosotros mismos.

3.5. Conclusiones

Las Conclusiones de este estudio de caracterización de los materiales son las siguientes:

- 1) El pH de los materiales crudos estudiados está en el intervalo de 8 a 10 aproximadamente.
- 2) La tonalidad de color observada y determinada en Código CIELAB se corresponde a:
 - MA (fondo gris con tonalidad rosácea)
 - MB (Fondo gris)
- 3) Se confirma la presencia de Carbonatos por ensayo acidimétrico y por determinación vía DRX.
- 4) El estudio de SEM/EDX muestra la presencia de partículas dispersas de material ferruginoso y permite la determinación elemental global y por detalles de las muestras crudas MA y MB.
- 5) El estudio de DRX combinado, de tipo cualitativo, usando la metodología de análisis "de polvo" y la de análisis de "agregados orientados" permite determinar la composición de las muestras MA y MB en términos de sus minerales componentes. Así la muestra MA está constituida por: sílice (cuarzo), calcita, y las arcillas Vermiculita, Clinocloro (Clorita), Mica Muscovita y Dickita (Caolinita). La muestra MB está constituida por Sílice (Cuarzo), Calcita, Dolomita y las arcillas Vermiculita y Clinocloro, Mica Muscovita y Dickita (Caolinita).
- 6) Un estudio más completo del conjunto de las características mineralógicas (incluyendo otras técnicas de caracterización de materiales) y de los parámetros de comportamiento característicos de estas muestras se hace necesario para abordar el proceso consecuente de conservación de este tipo de materiales contenedores y ·vecinos· de los restos petrificados de los saurios encontrados en los yacimientos estudiados.

CAPITULO IV: Ensayos de limpieza y consolidación

En base a las alteraciones que presenta el fósil se plantean realizar baterías de pruebas para buscar la metodología de trabajo más apropiada. Estas se refieren a la limpieza de los restos arcillosos y la costra de mineral de hierro que recubre el fémur y por otro lado la búsqueda del consolidante más apropiado para frenar o disminuir los movimientos de las arcillas expansivas que contiene.

El objetivo fundamental de los ensayos de limpieza es el de encontrar la correcta metodología de actuación sobre la pieza a intervenir. Teniendo en cuenta que es un material poroso, que reacciona con la humedad debido al principal agente de deterioro intrínseco, la arcilla, se busca aplicar la menor humedad posible sobre la pieza. Además de tratar la arcilla también se trabajará sobre la costra de mineral de hierro, intentando reducirla o eliminarla en el mejor de los casos.

Por otro lado, se plantea buscar el consolidante apropiado para paliar la acción de las arcillas, en un principio expansivas, llevando a cabo una serie de ensayos que nos darán pautas para comprender mejor el comportamiento, tanto de los consolidantes ante agentes atmosféricos, como el comportamiento de las arcillas.

4.1. Metodología y pruebas:

4.1.1. Limpieza:

La metodología elegida es la aplicación de papeta con disolvente. Con este método se pretende eliminar los restos de arcilla que puedan quedar en la parte externa del fémur. Por otro lado, se busca el agente limpiador idóneo para reducir la costra de hierro que recubre este apéndice.

El cuerpo de la papeta está formado por Carboximetil celulosa (CMC), disuelta en agua. Sobre esta se agregarán los demás compuestos, siendo el gelificante el Carbogel (CG) y como agentes limpiadores el agua oxigenada (H₂O₂), el EDTA y el Tween 20 (T20).

La preparación de la papeta se inicia con 7,5 de carboximetil celulosa, disuelta en 100 ml de agua, creando una pasta viscosa a la que se le añadirán los agentes limpiadores. Se hace una primera prueba con CMC en agua y posteriormente de CMC + CG en agua para comprobar el efecto de una papeta y la otra en cuanto a la absorción de humedad y con ella la penetración de humedad de la papeta.

Comprobada la transmisión de humedad de los dos cuerpos de papeta se prepara la de resultados más óptimos con los agentes limpiadores anteriormente nombrados en las siguientes proporciones:

- Cuerpo + Agua oxigenada al 5%
- Cuerpo + EDTA al 5%
- Cuerpo + Tween 20, 1 gota



Figura 38. Aplicación de papetas.



Figura 39. Catas de limpieza.

Tras la aplicación de la papeta se deja actuar 20 minutos. Retirada la papeta comprobamos con ayuda de un higrómetro de agujas que la superficie en la que se aplicó papeta de CMC tiene un valor más alto de HR% mientras que la papeta preparada con CMC + CG humedece menos la superficie, lo cual es positivo. En base a esto se preparan las siguientes papetas para comprobar los efectos de los agentes limpiadores.



Figura 40. Medición de humedad superficial tras la aplicación de papetas.

4.1.2. Consolidación:

El agente de deterioro que está afectando, de manera más habitual, a la colección del yacimiento de Lo Hueco son las arcillas y su capacidad para expandirse, fracturando y rompiendo las piezas. Esto se debe, en principio, a su carácter higroscópico por el cual absorben la humedad ambiental hinchándose. Con estos ensayos de consolidación lo que se pretende es encontrar la manera de controlar dicho hinchamiento y la absorción de humedad por medio de una consolidación. A la hora de elegir el consolidante más adecuado tenemos que tener en cuenta el comportamiento del material consolidante y el consolidado en diferentes atmosferas controladas.

Preparación de muestras para pruebas: Probetas

Inicialmente se extrajeron grandes fragmentos de arcilla de un bloque propio del yacimiento con ayuda de un cincel. Sobre estos fragmentos se tallarán con el torno con disco de corte diamantado, las probetas. Buscando homogeneidad entre las mismas, se cortan a 2,5 x 2 x 1 cm., aproximadamente, llegando a una media de 10 gr. de peso. Para la preparativa de estas probetas, se siguieron las normas de seguridad que aconsejadas por la normativa de seguridad

correspondiente: gafas protectoras, guantes, mascarilla anti polvo y orejetas. Una vez cortadas las muestras de material crudo se perfeccionan los cantos con papel de lija de gramaje medio con un numero de grano de 150.



Figura 41. Extracción de fragmentos de arcillas.



Figura 42. Preparación de probetas.



Figura 43. Probetas de arcilla.

Las pruebas realizadas se basan en la bibliografía consultada sobre los principales métodos de consolidación de material arqueológico. Por lo que se plantea estudiar los efectos de la consolidación por impregnación y por goteo.

Consolidación por inmersión

El primer método de consolidación es la inmersión. Para la preparación de este método se vierte una cantidad de consolidante, de los comúnmente utilizados en el campo de la conservación-restauración, se sumergen durante un tiempo las probetas de material crudo preparadas con anterioridad. Se sacan del baño de consolidante y se dejan secar en el periodo de dos a tres semanas.

Los consolidantes utilizados fueron:

- Acrisil 201/ O.N.....(A201)
- Fluoline CP.....(FL)
- Estel 1200.....(E1200)
- Nano Estel en prop. 1:1.....(NE)
- Acetato de polivinilo al 10% en agua.....(PVA)
- Acril 33 al 10% en agua.....(A33)
- Paraloid B72 al 5% en Acetona.....(PB72A)

Se sumergieron las probetas en los contenedores de vidrio con cada consolidante durante cuatro minutos.

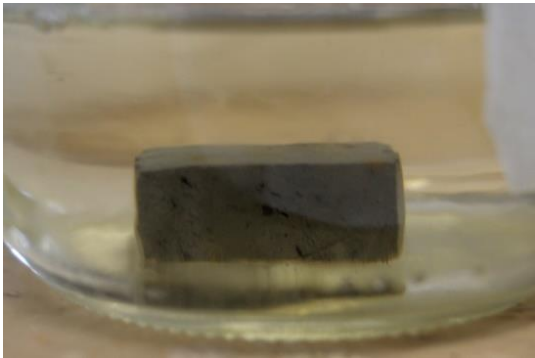


Figura 44. Inmersión de probeta en consolidante.

Cámara de envejecimiento acelerado:

Recurrimos a hacer pruebas en la cámara de envejecimiento acelerado para comprobar el efecto que la humedad puede provocar en las probetas preparadas anteriormente con diferentes consolidantes, y así poder ver cuál es la reacción de los consolidantes a los cambios de HR%.

Arco-Xenón Suntest XXL+ es el equipo para ensayos de envejecimiento acelerado que tienen en el laboratorio de materiales de la Facultad de Bellas Artes de la UCM (LabMat). Gracias a esta cámara es posible realizar pruebas monitorizadas, reproduciendo factores atmosféricos adversos un recinto controlado. Es posible trabajar con parámetros como, la luz, la humedad y la temperatura, principales factores de deterioro en el campo de la conservación de bienes.



Figura 45. Cámara de envejecimiento acelerado. Arco-Xenón Suntest XXL+



Figura 46. Introducción de probetas en la cámara de envejecimiento controlado.

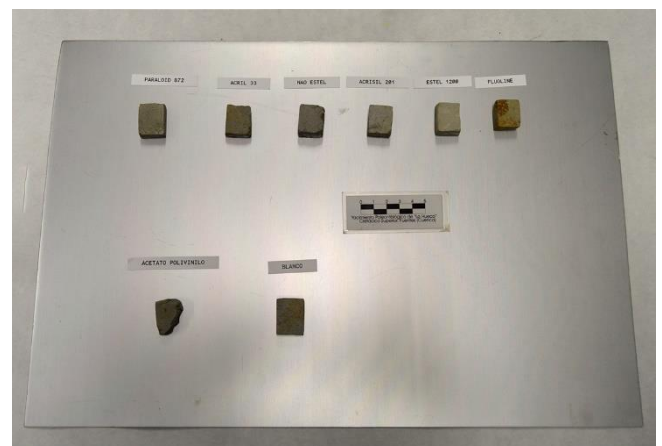


Figura 47. Visualización de las probetas.

Se introducen las siete probetas con sus respectivos consolidantes, además de una probeta sin consolidante para ver el efecto en una arcilla “cruda”. Se realizaron fotos antes de empezar el tratamiento y al finalizar.

El proceso llevado a cabo en la cámara se plantea por ciclos en los que se varia la humedad, mientras se mantiene estable la temperatura. Estas variaciones se hacen según diferentes fases de un tiempo determinado en el que se fija el % de humedad deseado.

Ciclos de envejecimiento con control de humedad y T (HT).			
Ciclo: 1	Tiempo: 24h	Parámetros: T 20°C HR% 60 – 40%	Observaciones:
- 4 fases de 6h cada una, fijando 60% humedad y 40% humedad alternativamente en cada fase			Prueba inicial para ver la respuesta del material.
Ciclo: 2	Tiempo: 96h	Parámetros: T 20°C HR% 60 – 40%	Observaciones:
- 14 fases de 8h cada una, fijando 60% humedad y 40% humedad alternativamente en cada fase			Sin resultado aparente.
Ciclo: 3	Tiempo: 48h	Parámetros: T 20° HR% 80 – 40%	Observaciones:
- 4 fases de 12h cada una, fijando 80% humedad y 40% humedad alternativamente en cada fase			Aparición de pequeñas grietas en algunas muestras.
Ciclo: 4	Tiempo: 96h	Parámetros: T 20° HR% 80 – 40%	Observaciones:
- 4 fases de 24h cada una, fijando 80% humedad y 40% humedad alternativamente en cada fase.			Localización de fragmentos desprendidos.

Tabla 21. Ciclos de envejecimiento.

Absorción forzada sobre muestras consolidadas: Medición de dureza

Tras el tratamiento en la cámara de envejecimiento forzado, decidimos llevar al extremo la acción de los consolidantes en las probetas y decidimos hacer una absorción forzosa. Lo que se busca con esta prueba es ver la acción del consolidante en un contexto húmedo del 100%.

En el fondo de un contenedor cilíndrico vertimos 10 ml de agua, esta cubrirá parcialmente la probeta. La absorción de agua incapacitará las muestras para nuevas pruebas.

Se tomaron medidas de dureza con durómetro Shore C en escala de 1 a 100, para comprobar si varia la dureza según la acción consolidante. El ensayo duró un máximo de cinco minutos por probeta, en casos especiales, como el ejemplo del Nano Estel, el ensayo duro cuarenta segundos.



Figura 48. Medida de dureza con durómetro.

Consolidación por goteo:

Se realizó una prueba de consolidación por goteo. Esta prueba se llevó a cabo para ver la reacción de los consolidantes con la superficie de la arcilla. Con ayuda de una jeringuilla se aplicaron cinco gotas de cada uno de los consolidantes, utilizados anteriormente en las pruebas de inmersión. Se observaron los resultados en el momento de la aplicación y tras el secado del consolidante.

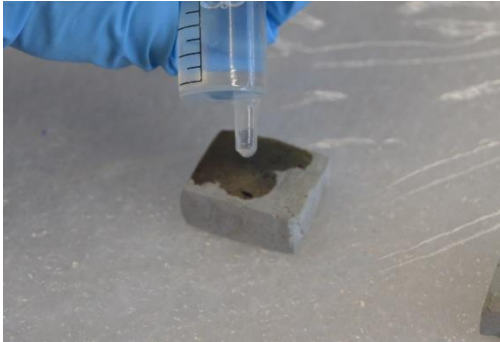


Figura 49. Aplicación de consolidante por goteo.

Posterior al secado, se observó en lupa binocular la acción de estos consolidantes sobre la probeta. La lupa binocular o estereoscópica es un instrumento óptico por el cual observamos de manera aumentada el objeto que introducimos en ella.

El Microscopio Estereoscópico Modelo 2000C ZEISS, con una capacidad de aumentos de entre 6,5x hasta 50x, con distancia de trabajo de 90 mm. Contiene un soporte modular con iluminación propia regulable transmitida y reflejada de sistema led. Además de un adaptador para acoplar una cámara DSLR, en este caso se utilizó la cámara Nikon D3200.



Figura 50. Microscopio Estereoscópico Modelo 2000C ZEISS.

Cámara climática: Humectación.

Tras los resultados obtenidos en la cámara de envejecimiento acelerado y buscando en bibliografía relacionada con él yacimiento, llegamos a la conclusión de que no todas las arcillas del tengan la misma composición y los mismos comportamientos en cuanto a cambios de humedad se refiere.

Esto nos lleva a idear un método de absorción forzado en muestras de diferentes localizaciones en el mismo yacimiento, por lo que, partiendo del fondo de muestras geológicas de "Lo Hueco", se inician pruebas que ayuden a comprender mejor la higroscopicidad de este material.

Por ello se realizan medidas de humedad relativa de las diferentes muestras de material crudo para realizar comparativas entre capacidades de absorción de humedad ambiental, posiblemente, el principal factor de deterioro de esta colección.

Tras la decisión tomada en la UCM de analizar los diferentes tipos de arcilla se realizan medidas de HR% en las principales muestras habladas en este trabajo, las cuales son la MA y MB del yacimiento de "Lo Hueco" .

Este ensayo parte inicialmente con la toma de humedad del material crudo, en condiciones de temperatura y humedad ambiente estables, con ayuda de un higrómetro de aguja, recogiendo los principales valores de humedad propios de las arcillas.

Posteriormente, en un desecador vertimos una cantidad de agua considerable, con esto evitaremos la interrupción del ensayo debido a la completa evaporación del líquido. Se introduce en el interior una superficie estable donde irán colocados los fragmentos de arcilla, finalmente esta cámara queda sellada con la tapa del desecador.



Figura 51. Cámara de humedad.

El concepto de esta prueba es crear una cámara de humedad forzada en la que el agua se evapore en el interior, creando una atmosfera saturada de humedad, siendo esta absorbida por el material crudo que se encontrará en su interior. De esta manera podremos ver la capacidad de absorción de este tipo de material.

Esta prueba se llevó a cabo durante cinco días haciendo medidas de humedad en las primera 24h en cámara y las 120h finales.

Cámara climática: Desecación.

Continuando con los análisis de captación de humedad de las muestras, se realizaron ensayos posteriores en la ULL. De igual forma que en el ensayo anterior se utilizó un desecador, pero esta vez para eliminar la humedad ambiental total de las muestras.

El ensayo se inicia con la toma de humedad de las muestras, esta vez en polvo. Posteriormente se introducen en un desecador se introducen fragmentos de mezclas de carbonatos y sulfatos de calcio anhidros, ambos especialmente higroscópicos. Colocadas las muestras en una base cerámica en el interior se coloca pequeños depósitos de sulfato de cobre pentahidratado, cuyo viraje de color desde los extremos azul a rosáceo mostraría la saturación en humedad absorbida interna de la cámara.



Figura 52. Medida de humedad de arcillas en polvo.



Figura 53. Desecador con muestras en polvo y sulfato de cobre.

Tras dos semanas en el desecador se volvieron a tomar medidas de HR% en las muestras y a continuación se dejaron de nuevo a temperatura y humedad ambiente para una última toma de humedad.

4.2. Resultados obtenidos:

4.2.1. Limpieza:

Los resultados obtenidos de las pruebas de limpieza se recogen en las siguientes tablas:

Control de transmisión de humedad		
Agente limpiador	Medida de humedad superficial	Resultado
CMC 7,5g en 100ml de H ₂ O	HR% 48,5	Ablanda la superficie. Aporta más humedad a la superficie y penetra más.
CMC 7,5g + CG 2,5g en 100ml de H ₂ O	HR% 26,3	Ablanda la superficie. Aporta menos humedad a la superficie y penetra menos.

Tabla 22. Resultado de transmisión de humedad.

Papetas de Carboximetil celulosa + Carbogel + agente limpiador: 20 min		
Agente limpiador	Resultados:	
CMC + CG en 100 ml H ₂ O	Disolución de mineral de hierro y arcilla.	
CMC + CG en 100 ml de agua	+ EDTA al 5%	Disolución del mineral de hierro
	+ T20 1 gota	Ablanda la superficie. Neutralizador de EDTA
	+ H ₂ O ₂ 5%	Disolución del mineral de hierro y mayor disolución de la arcilla. Ablanda la superficie.

Tabla 23. Resultados de limpieza con papeta.

Concluyendo, la papeta preparada con carboximetil celulosa y carbogel aporta menos humedad a la superficie del fémur gracias a su carácter gelificante espeso y poco penetrante. Es en base a este cuerpo se le añaden los siguientes agentes limpiadores, actuando cada uno de una forma positiva en las diferentes áreas, determinando que es la papeta de CMC + CG con agua oxigenada al 5% la que da los resultados más positivos en cuanto a la eliminación de los restos arcillosos y de mineral de hierro, siendo la papeta preparada con EDTA al 5% la que da resultados más óptimos, únicamente sobre la costra de mineral de hierro, teniendo como neutralizante la papeta de T20.

4.2.2. Consolidación:

Los resultados obtenidos de las diferentes pruebas y sus sucesiones se recogen en las siguientes tablas:

Resultado de la consolidación por Inmersión:

La toma de resultados fue en el momento de la inmersión y tras su secado. Estos fueron los resultados obtenidos:

INMERSIÓN		
Consolidantes	Resultados	
	Tras la inmersión	Tras el secado
A201	Sin resultados aparentes.	Pasmado y pulverulencia superficial
FL	Rotura en sus partes externas	Reacción con el mineral de hierro
E1200	Sin resultados aparentes	Pasmado superficial
NE	Sin resultados aparentes	Cristalización superficial y agrietamiento
PVA	Destrucción parcial de la probeta	Capa hidrófoba gruesa
A33	Agrietamiento	Rotura de partes externas
PB72A	Sin resultados aparentes	Capa hidrófoba

Tabla 24. Resultados de consolidación por inmersión.

En base a los resultados obtenidos de los diferentes consolidantes mediante la prueba de inmersión, se determina que, los consolidantes de base acuosa no son óptimos para su utilización, ya que reaccionan disgregando, agrietando y rompiendo la arcilla, por lo tanto, quedan descartados. Estos son el acetato de polivinilo (PVA) al 10% en agua, el Acril 33 al 10% en agua y el Nano Estel en proporción 1:1 en agua.

De similares características obtenemos los resultados del Acrisil 201/ O.N y el Estel 1200. Son compuestos de diferente naturaleza y similares resultados, evaporan rápidamente y no afectan a la arcilla. Tras el secado pasan la superficie dejando un velo blanquecino.

En el caso del Fluoline CP el resultado es negativo. Inicialmente agrieta y rompe las partes externas de la probeta de arcilla. Tras su secado se observa reacción con el mineral de hierro tiñendo el resto de la arcilla. Esto puede ser perjudicial a la hora de consolidar el fósil ya que puede reaccionar con los minerales de hierro que contienen.

Los resultados más favorables los encontramos con el Paraloid B72 disuelto en Acetona. El disolvente evapora rápidamente, y ningún caso se crea fisuras ni agrietamientos (aparentes) y como resultado tras el secado, obtenemos una capa hidrófoba que tras medir con higrómetro la muestra nos da un resultado de 0% de HR.

En conclusión, quedan descartados los consolidantes de base acuosa por la reacción que tiene el agua con las arcillas, por otro lado, el Fluoline CP descartado por la reacción que tiene con el mineral de hierro. En cuanto al Acrisil 201 /O.N y el Estel 1200 tienen similares características, esto se debe a que ambos tienen similares disolventes; alcoholes y disolventes orgánicos. Son resultados óptimos, pero con el Paraloid B72 al 5% en Acetona obtenemos un resultado diferente, una capa hidrófoba que evita que penetre la humedad en el interior de la probeta y no daña la misma.

Resultado de la Cámara de envejecimiento controlado:

Observamos, a simple vista, que con temperatura estable y cambios bruscos de humedad relativa (HR%) entre el 80 - 40% empiezan a mostrarse cambios en algunas de las probetas, como aparición de nuevas grietas o incluso desprendimiento de fragmentos externos. El resultado obtenido no era el esperado, debido a que, observando la probeta sin consolidante no se apreció ninguna variación visible a simple vista tras este tratamiento. Es difícil determinar a simple vista grandes cambios, por lo que se recurre a la visualización aumentada con lupa estereoscópica o binocular.

Visualización con lupa estereoscópica	
Consolidantes	Resultados
A201	No se observan cambios
FL	Rotura de una esquina, nuevas grietas
E1200	No se observan cambios
NE	Nuevas grietas en las esquinas en la parte central
PVA	Agrietamiento
A33	Decantación del consolidante a la parte inferior de la muestra. Nuevos agrietamientos
PB72A	Nuevo agrietamiento en las esquinas
Blanca	Pulverulencia superficial

Tabla 25. Resultados de la visualización con lupa estereoscópica.



Figura 54. Probeta PB72A a 6,5x. Visualización con lupa estereoscópica.



Figura 55. Probeta PB72A a 40x. Visualización con lupa estereoscópica.

En las figuras 54 y 55 se muestra el efecto de la absorción de humedad en la cámara de envejecimiento forzado. Se observa la aparición de una nueva grieta en la probeta de PB72A.

Tras el tratamiento de la cámara de envejecimiento forzado, los resultados obtenidos no fueron lo esperado. En la probeta de arcilla “cruda” vemos que tiene el mismo resultado que otras muestras consolidadas o incluso mejor. Este resultado nos lleva a replantarnos la problemática de las arcillas expansivas, revisando de nuevo bibliografía relacionada con el yacimiento y los tipos de material arcilloso que en él se encuentra. Llegamos a la conclusión de que es posible que la composición del material sedimentario cambie según su localización en el mismo. Es por eso por lo que se plantea una analítica completa de diferentes muestras de arcilla en diferentes localizaciones dentro del yacimiento de Lo Hueco.

Absorción forzada sobre muestras consolidadas: Medición de dureza

Los resultados obtenidos se recogen en la siguiente tabla:

Absorción forzosa				
Consolidantes	Resultados	Dureza en HC		
		Antes	Humedecida	Después
A201	Baja capilaridad. Lenta penetración	0.92	0.89	0.98
FL	De lenta absorción.	0.97	0.93	0.95
E1200	Alta capilaridad.	0.97	0.97	0.97
NE	Inmediata disolución. Se retiró la probeta a los 40s	0.89	0.79	0.87
PVA	Rápida absorción en zonas agrietadas. Disgregación total de la muestra	0.94	-	-
A33	Barrera hidrófoba. Penetración en grietas	0.91	0.96	0.98
PB72A	Barrera hidrófoba. Penetración en grietas	0.99	0.97	0.98
Blanca	Inmediata disolución.	0.94	0.81	0.81

Figura 56. Resultados de ensayo de absorción forzosa.

Como resultados más óptimos podemos determinar al Acril 33 como el Paraloid B72, ambos crean una capa hidrófoba que evita que penetre el agua en la muestra. En el caso del Acril 201 y el Fluoline la absorción de humedad es lenta, sin embargo, en la probeta con Estel 1200 tiene una inmediata absorción que no disgrega la muestra. Finalmente, las probetas preparadas con Nano Estel y PVA dan resultados negativos, ya que el consolidante está preparado con base acuosa, esta actúa con el agua disgregando la probeta entera con una rápida absorción, siendo tan rápida que en el caso de la probeta con PVA que fue imposible realizar las medidas de dureza después del ensayo.



Figura 57. Probeta con consolidante en ensayo de absorción forzosa. Nano Estel prop. 1:1.



Figura 58. Probeta con consolidante en ensayo de absorción forzosa. Paraloid B72 al 5% en Acetona.

Resultados de la consolidación por Goteo:

Los resultados obtenidos tras la aplicación y después de que el consolidante ha secado por completo, se recogen en la siguiente tabla:

GOTEO		
Consolidantes	Resultados	
	Tras la aplicación	Tras el secado
A201	Alta capilaridad. Coloración	Capa superficial mate. Satura el color
FL	Alta capilaridad. Coloración	Satura el color
E1200	Alta capilaridad. Rápida evaporización del disolvente	Sin resultados visibles a simple vista
NE	Tensión superficial. Secado lento	Gruesa capa superficial que cristaliza
PVA	Tensión superficial. Secado lento	Capa superficial brillante
A33	Alta capilaridad. Coloración	Satura el color
PB72A	Tensión superficial. Coloración	Capa superficial brillante

Tabla 26. Resultados de consolidación por goteo.

Tras la aplicación y el secado de los consolidantes, determinamos que unos tienen más capacidad de dispersión y absorción que otros, que, en un primer momento, se quedan en la superficie y penetran de forma más lenta, como es el caso del Nano Estel o el PVA. Se observa que tras el secado en el caso del A201, FL y el A33, la superficie queda con una tonalidad saturada, variando así su aspecto inicial. Sin embargo, en el caso del PVA y el PB72A se crea una capa brillante, mientras que en el A201 esta capa es mate.

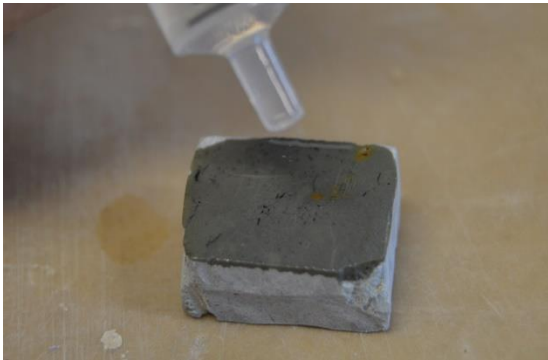


Figura 59. Consolidación por goteo. Estel 1200.

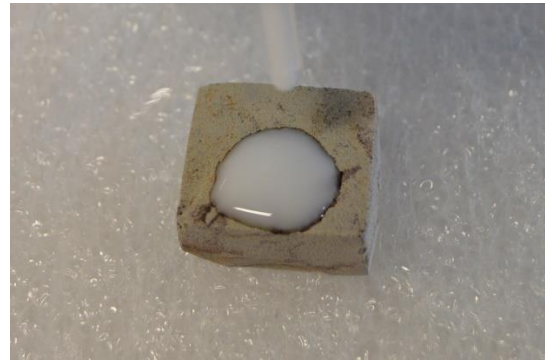



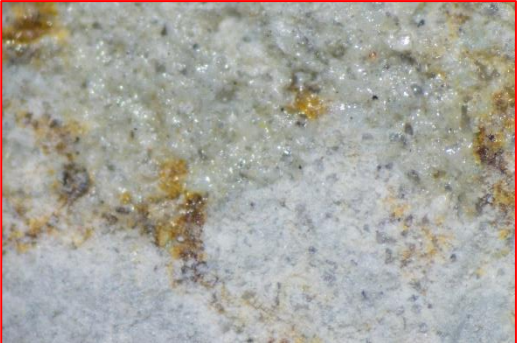





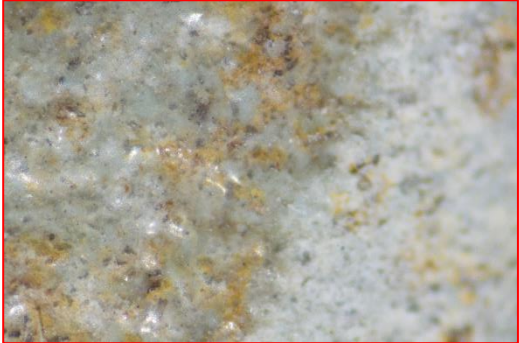




Figura 60. Consolidación por goteo. PVA al 10% en agua.

Tras el secado se realizaron fotos en la lupa binocular, una a 6,5x y otra a 45x para visualizar más ampliamente el resultado. Se señala con un rectángulo rojo la zona aumentada.

GOTEO		
Consolidantes	Resultados	
	6,5x	45x
A201		
FL		
E1200		

NE		
PVA		
A33		

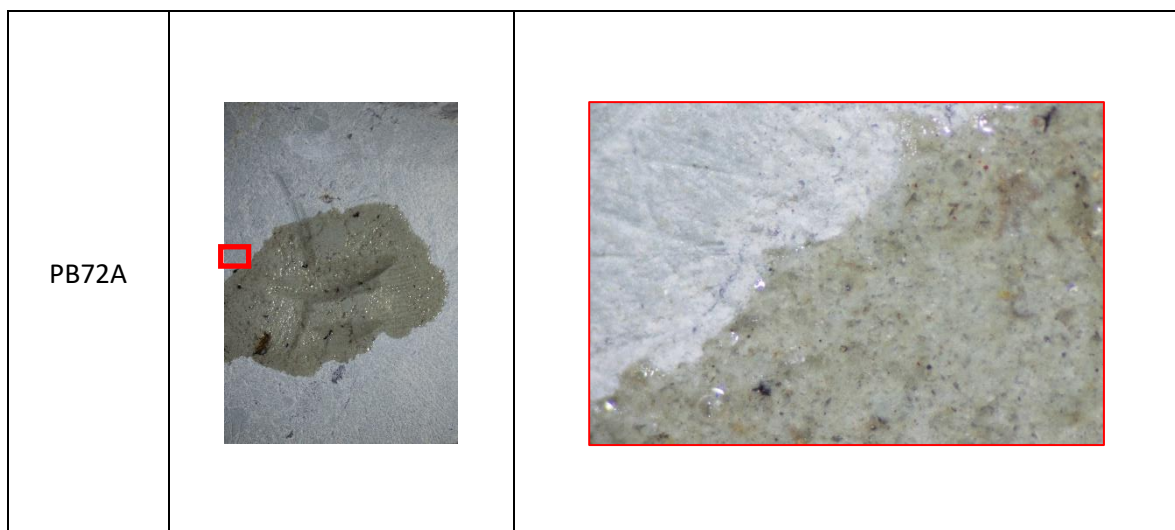


Tabla 27. Resultados de la acción de la consolidación por goteo. Visualización con lupa estereoscópica.

Vemos con la visualización aumentada, hay cambios tonales en la aplicación del consolidante, variaciones entre consolidantes que dejan una capa brillante y otros una capa mate, incluso consolidantes que no se aprecia su presencia como es el caso del Estel 1200.

Resultados de la Cámara climática: Humectación

En esta tabla se recogen los valores obtenidos tras la toma de humedad relativa:

Cámara climática: Humectación /UCM				
Nomenclatura	Muestra	Medidas de HR%		
		Inicial	24h.	120h.
M-A	HUE-1209	12%	46%	98%
M-B	HUE-08879	10%	27%	75%

Tabla 28. Resultados de absorción en cámara de humedad.

Afirmamos que, tras el ensayo en la cámara climática, el resultado en dos muestras de diferentes localizaciones del yacimiento de Lo Hueco, los parámetros de absorción de humedad son diferentes. Tras los cinco días en la cámara, la MA tiene una absorción casi total mientras que en el caso de la MB es de un 75%. Es en este punto donde concluimos que, determinar la composición de las arcillas de diferentes localizaciones es crucial para saber que tipo de tratamiento se debe aplicar en los restos que en esa localización se encuentre.

Resultados de la Cámara climática: Desección

En esta tabla se recogen los valores obtenidos tras la toma de humedad relativa:

Cámara climática: Desección/ULL				
Nomenclatura	Muestra	Medidas de HR%		
		Inicial	Deseçada	24h.
MA	HUE-1209 GASOL	19%	0%	14%
MB	HUE-08879 EPITO	17%	0%	12%

Tabla 29. Resultados de desecación.

Como se observa, partiendo de una humedad inicial diferente, debido a la diferencia climática entre Madrid y Tenerife, se podría decir que la diferencia de humedad es ínfima. Tras el tratamiento de desecado, de dos semanas de duración, se observa que la humedad absorbida

por las muestras de arcilla en polvo es del 0% en todas las muestras. Tras 24h. a humedad y temperatura ambiente, vuelven a retomar prácticamente los valores iniciales, siendo la MA, que es la correspondiente al fémur de estudio, siendo la más higroscópica.

CAPÍTULO V: Proceso de intervención

5.1. Tratamiento realizado:

5.1.1 Examen y diagnóstico y documentación fotográfica:

A esta pieza ya se le había iniciado el tratamiento de conservación anteriormente. Es por esto por lo que los primeros procesos, como el desengasado y el devastado inicial de la matriz, no forman parte de esta memoria, siendo procesos ya finalizados

- Examen y diagnóstico:

Factores de degradación intrínsecos:

1) Estructura:

- Deformación, completa y fracturada de la estructura provocadas por la deformación.
- Principales pérdidas de las diáfisis
- Fisuras puntuales.

2) Costra:

- Contiene costra de mineral de hierro no deformante, además de localización puntual.
- Localización puntual de vetas de yeso en fracturas.
- Apendicular relleno y cubierto puntualmente de arcilla expansiva.

Factores extrínsecos:

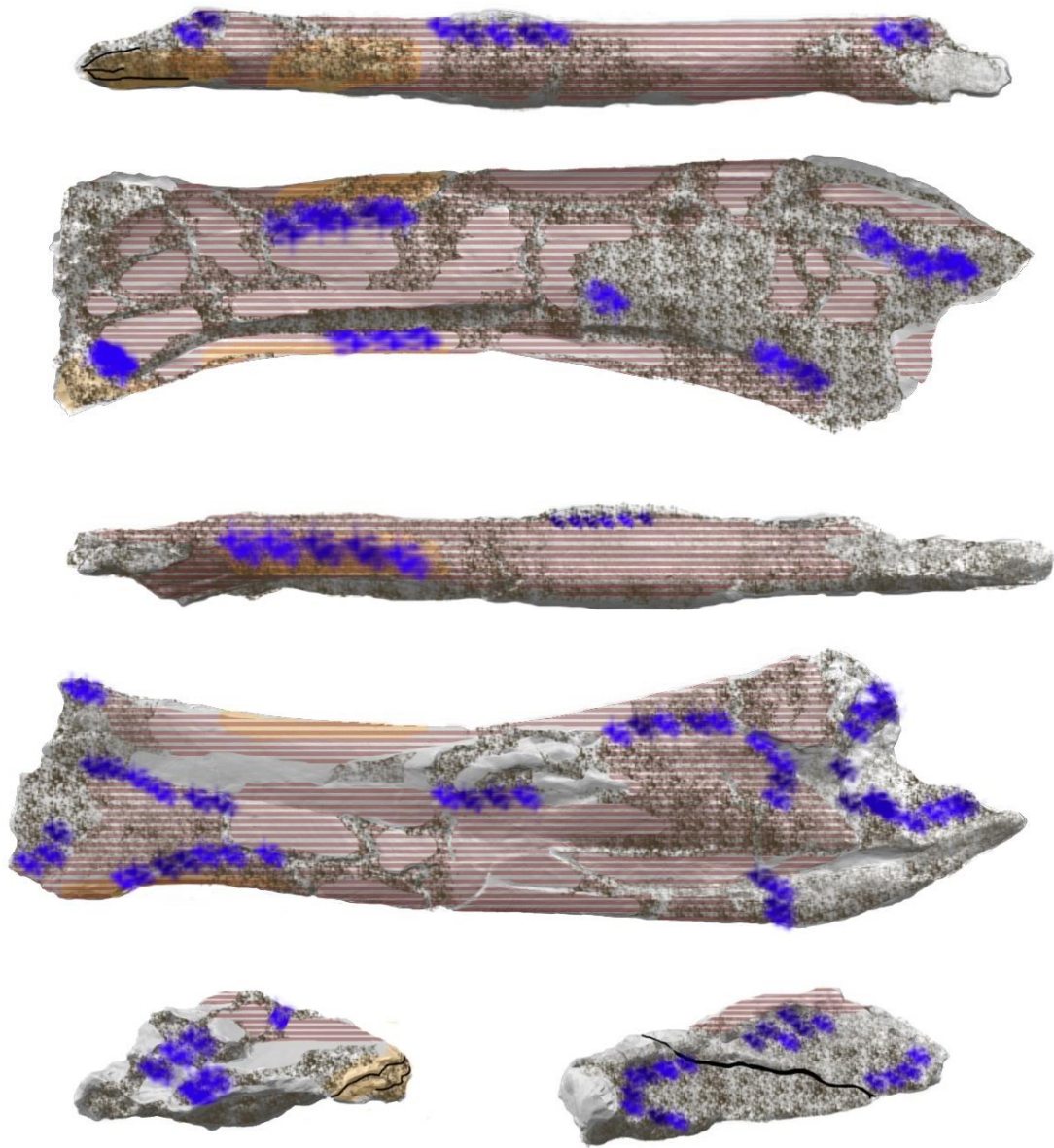
1) Restos de gasa y de adhesivo.

- Documentación fotográfica:

La toma de imágenes iniciales e imágenes de detalle se completan con la realización de una fotogrametría de la pieza. Esta técnica fotográfica nos ayuda a comprender mejor la estructura de la pieza y los factores de deterioro que en ella se encuentran. Se llevó a cabo una fotogrametría inicial y otra final de la pieza que quedaran almacenadas en la base de datos del grupo de Biología Evolutiva de la UNED, quienes se encargan de estudiar la colección del yacimiento de Lo Hueco.

La explicación del procedo de fotogrametría se expone en el ANEXO V.

MAPAS DE DAÑOS:



Leyenda:



Costra de mineral de hierro



Yeso cristalizado



Restos de arcilla



Restos de gasa y adhesivo



Grietas y fisuras

5.1.2. Limpieza de la superficie: mecánica y química

Este proceso consiste en la eliminación de la matriz o sustancias deformantes, teniendo en cuenta que forman parte de la obra, que impidan reconocer la morfología del fósil o puedan provocar futuras alteraciones. Se evitó, en la medida de lo posible, utilizar procedimientos que aportaran un alto contenido de humedad a la pieza. El abuso de tratamientos húmedos podría generar cambios en el volumen en las arcillas que se encuentran en el interior de las porosidades del hueso, creando tensiones innecesarias con el riesgo de generar fisuras o incluso fracturas. Es por esta problemática, por la que justificamos los ensayos de tratamientos con papetas que no aporten un alto contenido de humedad a la superficie del fémur.

Los restos que quedaban del tratamiento anterior eran básicamente arcillas, algunos yesos y el tratamiento de limpieza general de la costra de mineral de hierro, que, en algunos casos, al estar unidos a las primeras capas del periostio fósil se respetaron, con el fin de no dañar la integridad del mismo.

- Limpieza mecánica:

Inicialmente, los restos de arcilla y yesos puntuales se retiraron de forma mecánica, utilizando herramientas manuales como bisturí, agujas de dentista y brochas. Siempre con cuidado de no dañar la lectura de la textura superficial del periostio. Además de respetar las capas yesíferas, también se respetaron los rellenos de arcilla que aún quedaban en los canales producidos por los insectos necrófagos. Parte de los restos de costra de mineral de hierro también fueron eliminados de forma mecánica.



Figura 61. Eliminación en fractura de restos de arcilla.



Figura 62. Limpieza mecánica de restos arcillosos.



Figura 63. Limpieza mecánica de costra ferrosa.

- Limpieza química:

Es en la limpieza química donde se aplican los resultados obtenidos de la batería de pruebas de limpieza. El método elegido es la papeta, aplicada durante un mínimo de 20 minutos

- Para los restos de arcilla se utilizó: papeta CMC+CG+H₂O₂
- Para la limpieza de la costra de mineral de hierro se utilizó: papeta CMC+CG+EDTA al 5% neutralizada con papeta CMC+CG+T20
- Para finas capas y limpieza superficial se utilizó un hisopo humedecido en acetona.



Figura 64. Limpieza de arcilla con papeta.



Figura 65. Aplicación de papeta en costra de hierro. Figura



Figura 67. Eliminación de papeta.



66. Limpieza con hisopo humedecido en acetona.



Figura 68. Resultado de la limpieza.

5.1.3. Reintegración de grietas y fisuras:

Continuando con el proceso, y casi en paralelo a la limpieza, se actúa sobre las grietas y fisuras del fémur. Son reintegraciones volumétricas que ayudan a dar estabilidad a zonas debilitadas o que estén en riesgo de rotura.

Se reintegraron las grietas y fisuras con Paraloid B72 al 5% en acetona con microesferas de vidrio como carga. Este tratamiento es totalmente discernible y reversible por lo que entra dentro de los criterios establecidos en el campo de la conservación.



Figura 69. Grieta producida por formación yesífera.



Figura 70. Limpieza previa a la reintegración.



Figura 71. Proceso de reintegración.



Figura 72. Resultado final.

Es en uno de los momentos finales de la restauración cuando, tras la manipulación de la pieza, uno de los extremos se desprende. La causa fue una grieta, que en un primer momento parecía estable y no se había reintegrado aún.



Figura 73. Fragmento desprendido.

En este momento hay que tener en cuenta la importancia de no eliminar o perder la posición de ningún resto o fragmento desprendido de la fractura ya que estas hacen de llaves a la hora de adherirlo de nuevo, encajando perfectamente en su posición. En este caso la fractura llega a la completa separación y se rompe en dos fragmentos, uno mayor y otro de menor dimensión. Se adhieren utilizando Paraloid B72 al 30% aplicado con jeringuilla.



Figura 74. Aplicación del adhesivo.



Figura 75. Fijación de un fragmento.

Una vez adherido el primer fragmento se aplica esta vez la misma solución anteriormente utilizada para adherir el fragmento, pero esta vez aplicado con brocha en las dos caras de la fractura.



Figura 76. Aplicación del adhesivo con brocha.



Figura 77. Fijación del fragmento mayor.



Figura 78. Consolidación de la grieta.

Se reintegra la grieta con el mismo procedimiento explicado anteriormente.



Figura 79. Reintegración de la grieta.



Figura 80. Proceso de reintegración.



Figura 81. Pieza antes de la reintegración.



Figura 82. Pieza después de la reintegración.

5.1.4. Consolidación final

Se emplea el tratamiento que mejor resultado dio en la batería de pruebas de consolidación. En un primer lugar se consolidan los restos de arcilla que aún quedaban en las cavidades de los insectos necrófagos, posteriormente el resto de la pieza. La solución consolidante utilizada fue Paraloid B72 al 5% en acetona en diferentes métodos:

- Consolidación por goteo para los icnofósiles.
- Consolidación por impregnación para el resto de la pieza.



Figura 83. Consolidación por goteo de cavidades producidas por insectos necrófagos.



Figura 84. Resultado de la consolidación.



Figura 85. Aplicación de consolidación final.



Figura 86. Diferencia en parte no consolidada (izquierda) y parte consolidada (derecha).

COMPARATIVAS DE ESTADO INICIAL CON RESULTADO FINAL

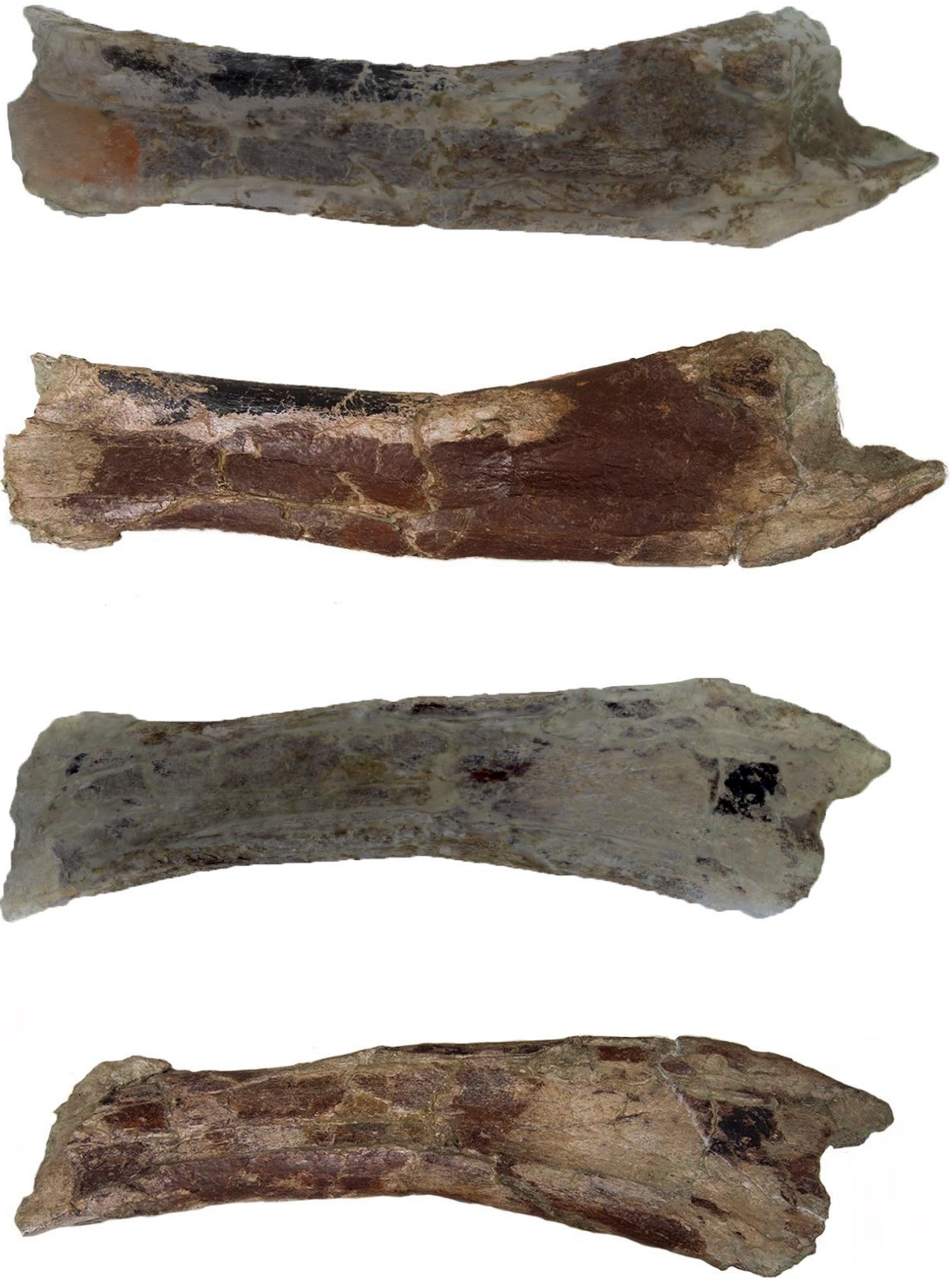


Figura 87. Comparativas de los resultados después de la restauración.



Figura 88. Antes de la restauración.



Figura 89. Después de la restauración.



Figura 90. Antes de la restauración.



Figura 91. Después de la restauración.



Figura 92. Antes de la restauración.



Figura 93. Después de la restauración.



Figura 94. Antes de la restauración.



Figura 95. Después de la restauración.



Figura 96. Cavidades producidas por los insectos necrófagos.



Figura 97. Cavidades consolidadas.

5.3. Conservación preventiva:

5.3.1. Criterio de conservación preventiva. Contenedor de almacenaje.

La construcción de un contenedor para almacenaje pretende que la pieza no sufra daños adversos, tanto atmosféricos, como bruscos cambios de temperatura y humedad, y físicos, posibles golpes y vibraciones. Además de contenedor de almacenaje se busca que sea un soporte que libere de tensiones innecesarias a las partes débiles de la pieza, evitan así que vuelvan a aparecer posibles grietas. Con esto también hacemos más fácil su transporte y observación sin tener que manipular la pieza.

Para la construcción de este contenedor se utilizaron básicamente tres tipos de polímeros comúnmente utilizados en el campo de la conservación preventiva, estos son:

- Plancha de poliestireno extruido (1)
- Espuma de polietileno semi rígida (2)
- Tejido no tejido de polipropileno (3)



Figura 98. Materiales utilizados.

Los tres son materiales sintéticos con una estabilidad óptima. Se utilizan para aislar las piezas que albergan en el interior, además de ofrecer una superficie acolchada que evita vibraciones y tensiones que hagan sufrir a la pieza.

Inicialmente se plantea hacer un esquema de las dimensiones del contenedor, que partes deben tener relleno teniendo en cuenta la forma de la pieza, que tipo de materiales se utilizará, etc.

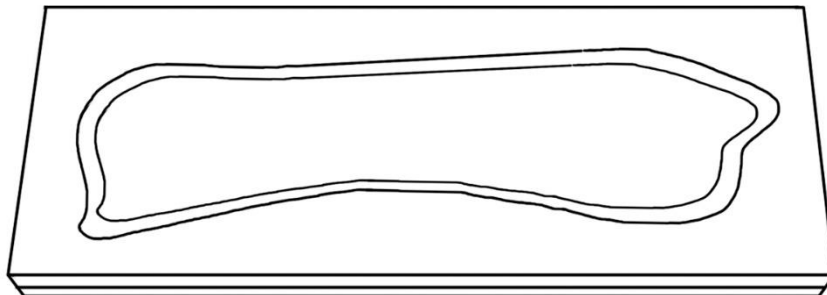


Figura 99. Esquema del contenedor de almacenaje.

En este caso, se parte de una base rígida de poliestireno extruido, cortado a medida con cúter y perfilado con una lijadora eléctrica. Continuando con una segunda capa de espuma de polietileno semi rígida la cual será cortada con la forma de la pieza. Es aquí donde se tallan las partes negativas de la forma que rellenarán los huecos y darán la estabilidad a las zonas frágiles.



Figura 100. Corte de espuma de polietileno.

Siguiendo con el proceso, se corta tejido no tejido de polipropileno para forrar la espuma de polietileno. Para evitar utilizar adhesivo en esta parte, se realizan canales por los que se introducirá el tejido fijándolo correctamente a la forma.



Figura 101. Forrado de la espuma con tejido no tejido de polipropileno.

Finalmente se unen las dos partes, de polipropileno extruido y la espuma de polietileno, con adhesivo de contacto. De esta forma se realizan las dos caras de la caja.



Figura 102. Adhesivo de contacto.



Figura 103. Aplicación del adhesivo.



Figura 104. Visualización de la pieza en el contenedor.



Figura 105. Detalle de puntos de apoyo de la pieza.



Figura 106. Detalle de puntos de apoyo de la pieza.



Figura 107. Visualización de la pieza en el contenedor.

5. 4. Conclusiones:

1. Los materiales paleontológicos son delicados, frágiles y tienen problemas de conservación, siendo muy afectables por la humedad y temperatura.
2. En el caso de la colección de Lo Hueco, el agente de deterioro más activo es uno de los tipos de arcillas existentes en el yacimiento que no se pudo determinar mediante el examen organoléptico, por lo que es necesario realizar una batería de análisis en cada una de las muestras antes de comenzar las labores de restauración.
3. Con el análisis realizado hemos podido determinar la heterogeneidad de las arcillas en un mismo yacimiento.
4. A la hora de realizar la restauración más adecuada sobre un objeto, no solo hay que tener en cuenta los materiales utilizados, también es muy importante el método de aplicación.
5. La elaboración de protocolos de actuación a la hora de restaurar una colección completa ya sea de un yacimiento arqueológico o paleontológico o la obra de un autor con técnicas similares de trabajo, aunque en principio es muy costosa, es imprescindible para la mejora de los trabajos de conservación- restauración e imprescindible para la conservación preventiva de la misma.

Las conclusiones específicas referidas al estudio de los materiales de las dos localizaciones están contenidas al final del Capítulo III.

Referencias:

- 9.2.3.- Absorción y retención de líquidos. (2017), 4, 4–6.
- Arag, L. (n.d.). Tema 12.- Arcillas, Suelos y Técnicas de Análisis, (Ii).
- Arana, R., Ja, M., & Orti, R. (n.d.). en la Sierra del Puerto (Murcia). II . Estudio por difracción de rayos X. *Sierra*.
- Barroso-Barcenilla, F., Cambra-Moo, O., & Segura, M. (2010). Estudio preliminar sobre Geología y Tafonomía del yacimiento paleontológico de “ Lo Hueco ” (Cretácico Superior , Cuenca , España). *Boletín de La Real Sociedad de Historia Natural*, 104(1–4), 57–70.
- Beidellita, A., Montmorillonita, H., Saponita, N., Estevencita, S., & Volkonskoita, S. (2017). Grupo de las esmectitas Minerales principales :, 3, 4–5.
- Benavente, D., Cañaveras, J. C., Martínez-martínez, J., Cervera, C. M., Ángel, M., & García, R. (2012). Identificación de minerales mediante difracción de rayos X utilizando bases de datos online de libre acceso. *Enseñanza de Las Ciencias de La Tierra*, 20(3), 280–289.
- Blanquer, G., & Manuel, J. (n.d.). Filosilicatos 2:1.
- Catálogo general. (n.d.). Retrieved from http://www.retsch.es/dltmp/www/5835db6f-eca0-411e-9a2f-23918ac9dd60-8282d8cc569d/brochure_catalogue_general_es.pdf
- Clasificaci, T., Enlaces, S. R., Red, E. A., Red, E. B., Filosilicatos, E. C., Filosilicatos, E. D., & Red, E. E. (2017). Filosilicato, 8–9.
- Comisión Internacional de Estratigrafía. (2013). Tabla cronoestratigráfica internacional. <http://www.stratigraphy.org/ICSchart/ChronostratChart2013-01Spanish.pdf>, 1.
- Conti, M. (2003). Edafología. *Edafología*, 2, 1–19.
- Cruz, M. D. R., & Esteras, M. (1993). Formaciones Arcillosas De Los Flyschs Del Campo De. *Estudios Geológicos*, 294, 287–294.
- Díez Díaz, V., Mocho, P., Páramo, A., Escaso, F., Marcos-Fernández, F., Sanz, J. L., & Ortega, F. (2016). A new titanosaur (Dinosauria, Sauropoda) from the Upper Cretaceous of Lo Hueco (Cuenca, Spain). *Cretaceous Research*, 68, 49–60. <https://doi.org/10.1016/j.cretres.2016.08.001>
- El, O. (n.d.). Óxidos de hierro, (Ii), 1–3.
- Estratigrafía, D. E. (n.d.). ANALISIS MINERALOGICO DE ARCILLAS MEDIANTE DIFRACCION DE RAYOS-X HOJA n4 23-28 (SAN CLEMENTE), 28.
- Filosilicatos. (n.d.).
- Galán, E., & Aparicio, P. (1961). Materias primas para la industria cerámica. *Utilización de Rocas Y Minerales Industriales; Alicante 4 de Julio de 2005, Vol. 2*, 31–48.
- Gallaga Ortega, Y. G., Aguilar Becerra, S., & Ramos Ramírez, E. (2002). Determinación y Análisis de Fórmulas Estructurales de Esmectitas del Estado de Guanajuato. *Acta Universitaria*, 12(3), 70–75.
- Gaméz-Vintaned, J. A., & Liñán, E. (1996). Revisión de la terminología icnológica en Español. *Revista Española de Paleontología*.
- García Fortes, S., & Flos Travieso, N. (2008). *Conservación y restauración de bienes*

arqueológicos. Madrid: Editorial Síntesis.

González Riga, B. J., Lamanna, M. C., Ortiz David, L. D., Calvo, J. O., & Coria, J. P. (2016). A gigantic new dinosaur from Argentina and the evolution of the sauropod hind foot. *Scientific Reports*, 6, 19165. <https://doi.org/10.1038/srep19165>

Jadarita, D. (n.d.). Silicato, 1–3.

Justo, A., & Morillo, E. (2000). Técnicas de difracción de rayos X para la identificación cualitativa y cuantitativa de minerales de la arcilla. *Ciencia Y Tecnología de Materiales*, 77–86.

Michalski, S. (2006). Preservación de las colecciones, 51–90.

Ortega, F., Sanz, J. L., Barroso-barcenilla, F., & Fernández, F. M. (2008). El yacimiento de macrovertebrados fósiles del Cretácico Superior de “ Lo Hueco ” (Fuentes , Cuenca), 2008(8), 119–131.

Servicio Técnico de Agricultura y Desarrollo Rural Características físicas . (n.d.).

Si, A. (2017). Caolinita, 5–6.

Si, K., & Oh, A. O. (2017). Moscovita, 5–6.

túnel. (n.d.), 62–102.

Vermiculitas, E., & Rodas, M. (n.d.). Filosilicatos 3.

Wilson, J. A. (2006). An overview of titanosaur evolution and phylogeny. *Actas de Las III Jornadas Internacionales Sobre Paleontología de Dinosaurios Y Su Entorno*, 169–190

ANEXOS:

Anexo I: Parámetros instrumentales.

Parámetros operativos generales usados en la exploración SEM para el análisis de las muestras estudiadas:

Label : Spectrum 1	
Livetime (s) :	49.96
Real time (s) :	70.83
Detector :	Silicon
Window :	SATW
Tilt (deg) :	0.0
Elevation (deg) :	30.0
Azimuth (deg) :	0.0
Magnification :	20x a 7k x
Accelerating voltage (kV) :	20.00
Process time :	5(seg.)
Sample is unpolished X-ray corrections may be approximate.	
Sample is coated with Carbon - thickness (nm): 15.0, density (g/cm ³): 2.25	
The element used for optimization was Copper	
Detector efficiency : Calculation	
Spectrum processing :	
Peak possibly omitted : 3.315 keV	

Parámetros operativos de los registros de difractogramas realizados.

Measurement Conditions:	SIDIX- SEGAI
Dataset Name M_A a M_I	
File name E:\Gestion SIDIX\Informes Empresas e Identificaciones\Informes Externos_2017\43215_arcillas\Medidas\M_A.xrdml	
Comment Configuration=Sample Spinner (Reflection-Transmission), Owner=User-1, Creation date=05/10/2016 8:56:22	
Goniometer=Theta/Theta; Minimum step size 2Theta:0.0001; Minimum step size Omega:0.0001	
Sample stage=Reflection-transmission spinner; Minimum step size Phi:0.1	
Diffractometer system=EMPYREAN	
Measurement program=C:\PANalytical\Data	
Collector\Programs\Reflexion_rutina_div_1_8.xrdmp, Identifier={DE463AF3-5409-47D5-8CB8-FB2926C2C6CE}	
Medidas rutinarias de reflexion (2theta 5-80°, paso 0.026, 60s/paso) con rendija de divergencia de 1/8	
PHD Lower Level = 4.02 (keV), PHD Upper Level = 16.08 (keV)	
Measurement Start Date/Time 28/06/2017 11:49:56	
Operator Empyrean	
Raw Data Origin XRD measurement (*.XRDML)	
Scan Axis Gonio	
Start Position [°2θ] 5.0131	
End Position [°2θ] 79.9711	
Step Size [°2θ] 0.0260	
Scan Step Time [s] 56.8650	
Scan Type Continuous	
PSD Mode Scanning	
PSD Length [°2θ] 3.35	
Offset [°2θ] 0.0000	
Divergence Slit Type Fixed	
Divergence Slit Size [°] 0.1089	
Specimen Length [mm] 10.00	
Measurement Temperature [°C] 25.00	
Anode Material Cu	
K-Alpha1 [Å] 1.54060	
K-Alpha2 [Å] 1.54443	
K-Beta [Å] 1.39225	
K-A2 / K-A1 Ratio 0.50000	
Generator Settings 40 mA, 45 kV	
Diffractometer Type 0000000011185853	
Diffractometer Number0	
Goniometer Radius [mm] 240.00	
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm] 100.00	
Incident Beam MonochromatorNo	
Spinning Yes	

Anexo II: Galería de Microfotografías de MOLP

Microfotografías MOLP de las muestras ferruginosas procedentes de extracción de las muestras de cada localización del yacimiento, en modo de transmisión.

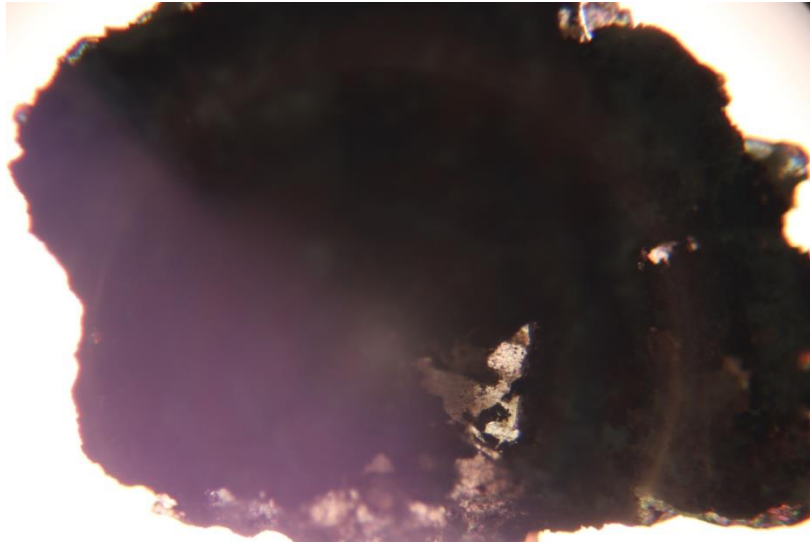


Figura 108. Microfotografía de MA-F con luz transmitida.

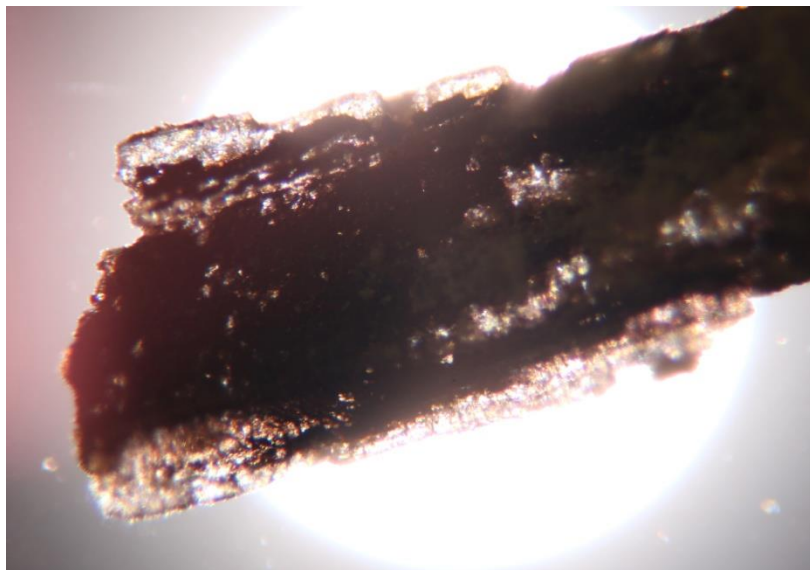


Figura 109. . Microfotografía de MB-F con luz transmitida.

Anexo III: Difractogramas.

Difractogramas de muestra cruda: MB

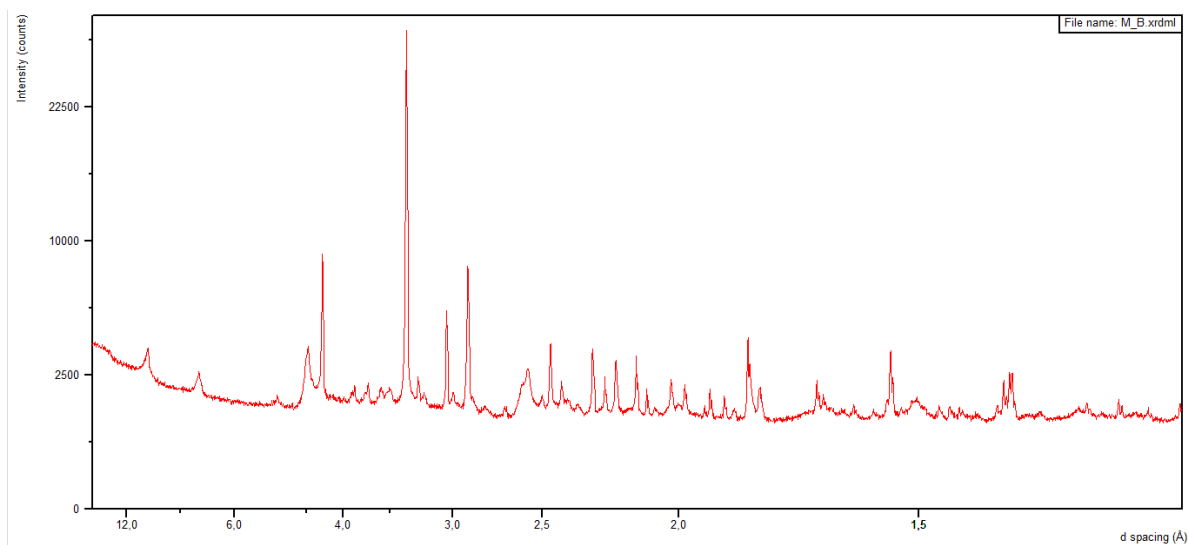


Figura 110. Difractograma de muestra MB "cruda".

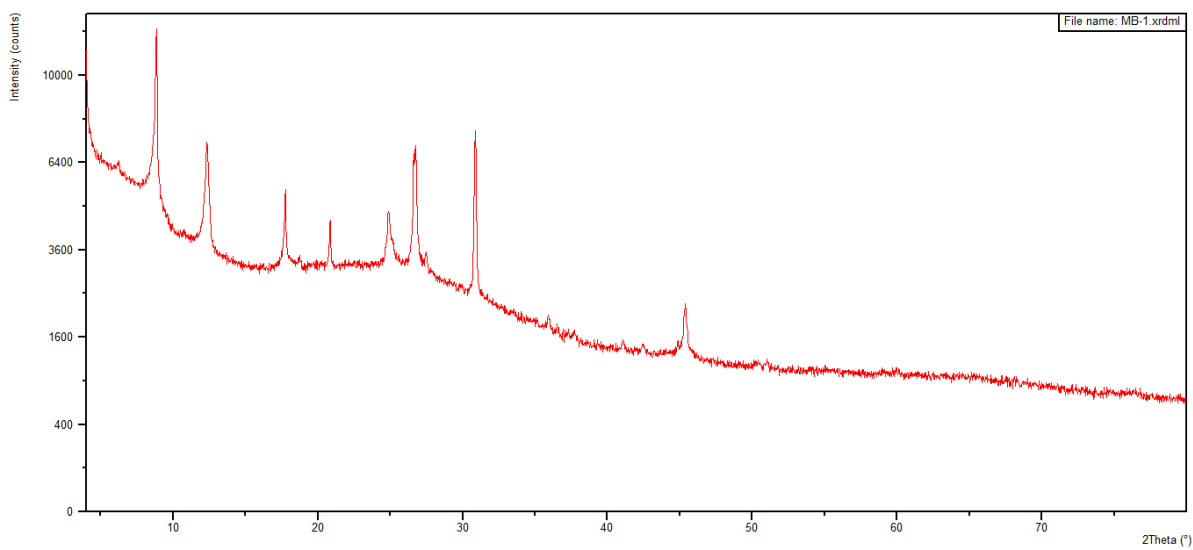


Figura 111. Difractograma de muestra MB1.

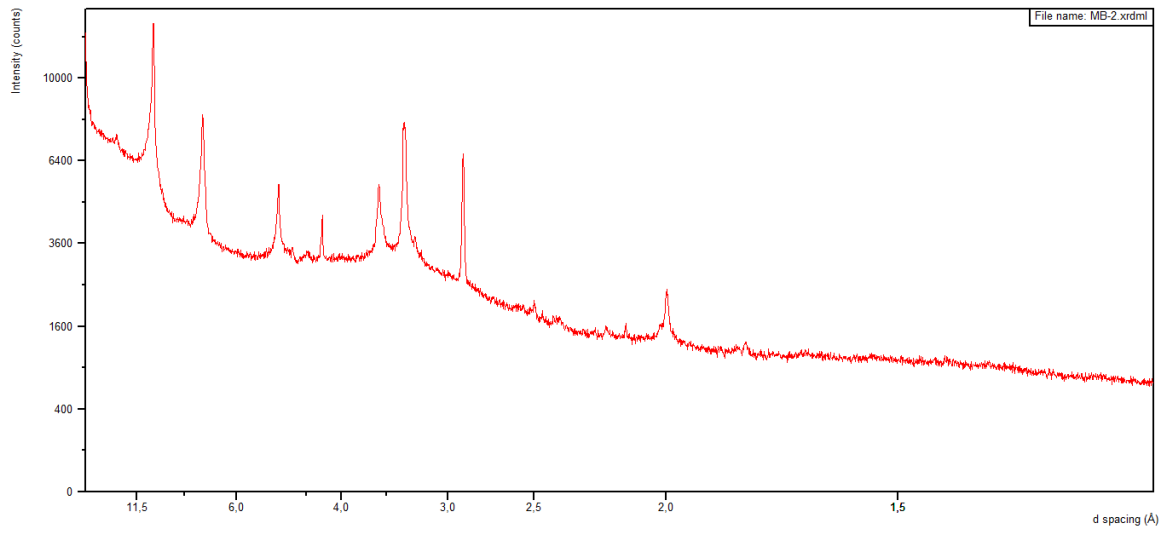


Figura 112. Difractograma de muestra MB2.

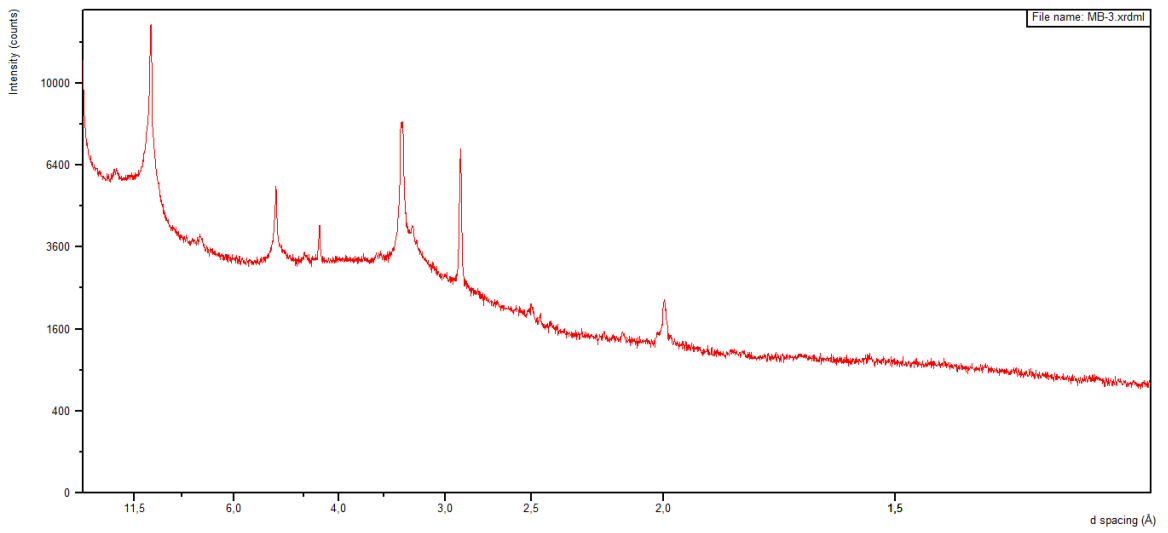


Figura 113. Difractograma de muestra MB3.

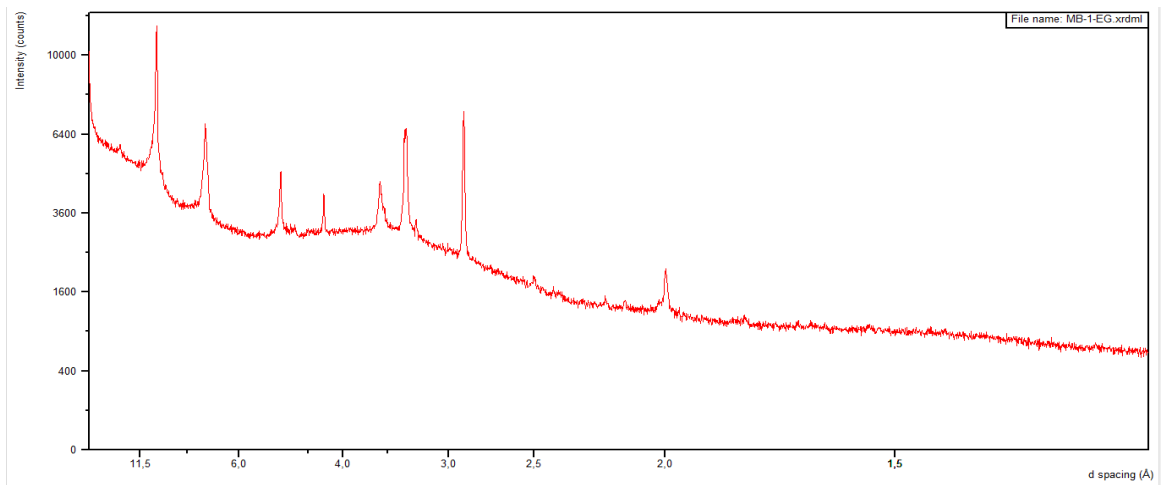


Figura 114. Difractograma de muestra MB1-EG

Anexo IV: Picos detectados de agregados orientados.

DRX: Picos detectados de Agregados Orientados de las series MA y MB									
d Å	2 Theta	MA-1	MA-2	MA-3	MA-1EG	MB-1	MB-2	MB-3	MB-1EG
14,25	6,10	X			X				X
14,19	6,20						X	X	
14,13	6,25		X			X			
9,99	8,85						X		X
9,98	8,85	X	X	X		X		X	
7,16	12,35	X				X	X	X	
7,15	12,35		X	X					
7,10	12,45				X				X
4,99	17,70	X	X	X		X	X		
4,99	17,75							X	
4,73	18,70					X			
4,48	19,77							X	
4,26	20,80			X				X	
4,26	20,90		X						X
4,25	20,85	X		X		X	X		
3,57	24,85	X	X			X			
3,56	24,90		X						
3,34	26,60	X				X	X		

Tabla 30. Picos detectados de Agregados Orientados de las series MA y MB

Anexo V: Proceso de fotogrametría.

La toma de imágenes iniciales e imágenes de detalle se completan con la realización de una fotogrametría de la pieza. Esta técnica fotográfica nos ayuda a comprender mejor la estructura de la pieza y los factores de deterioro que en ella se encuentran. Se llevó a cabo una fotogrametría inicial y otra final de la pieza que quedarán almacenadas en la base de datos del grupo de Biología Evolutiva de la UNED, quienes se encargan de estudiar la colección del yacimiento de Lo Hueco.

Este modo de documentación es de gran ayuda para visualizar piezas en 3D. Para ello hay que tomar imágenes alrededor de la pieza en ambas caras. Esto debe planearse con anterioridad, ya que la pieza debe permanecer estática en el momento de fotografiar tanto por la parte superior como por la inferior. Una vez se tiene clara la posición que va tener la pieza se comienza a fotografiar, ya sea colocando, en este caso el fémur, en una mesa giratoria o rotando alrededor de la misma.

Muchas veces cuando se quiere hacer una fotogrametría, debemos adaptarnos a lo que queremos fotografiar, ya que no todos los objetos son con tamaños de fácil manipulación. En este caso, al ser un fémur tan grande y pesado, fue difícil su trabajar con él, por lo que se tuvo que alejar la mesa giratoria del fondo y mantener el soporte de trabajo en el que estaba. Esto es un pequeño inconveniente porque dificulta el posterior procesado de las imágenes.



Figura 115. Pieza preparada para la toma de imágenes.

Deben tomarse imágenes a una distancia determinada por tandas en ángulos de 30°, 45° y 80°, aproximadamente, y capturando imágenes más cerca en los lugares donde sea necesario por la presencia de cavidades o recovecos difíciles de interpretar por el software. Debe colocarse siempre una escala para que el programa interprete en todo momento las medidas reales de la pieza. Siempre deben hacerse las fotografías con la misma iluminación, por ello en este caso se utilizó un Ring-Light LED acoplado a la zapata del flas de la cámara.



Figura 116. Ring-Light LED.

Una vez tomadas las imágenes necesarias se procesan en un software informático, en este caso se utilizó el programa *Agisoft PhotoScan Professional*, donde se fundieron para crear la imagen en 3D del fémur.

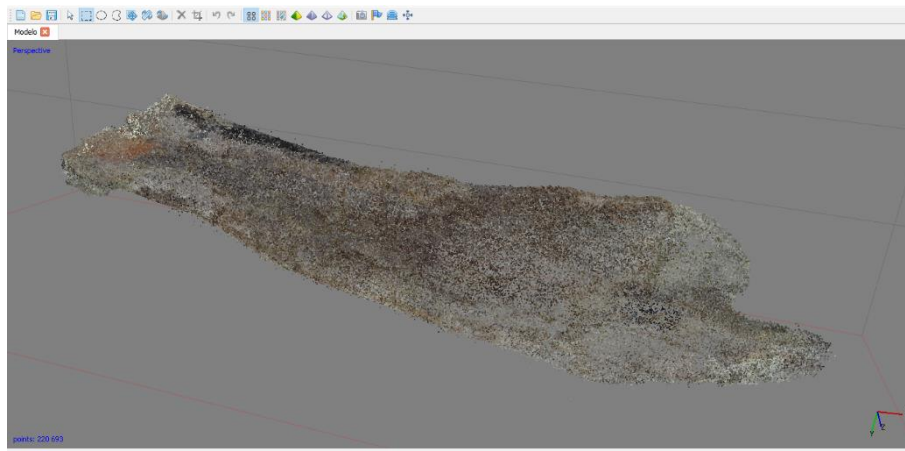


Figura 117. Agisoft PhotoScan Professional. Nube de puntos.

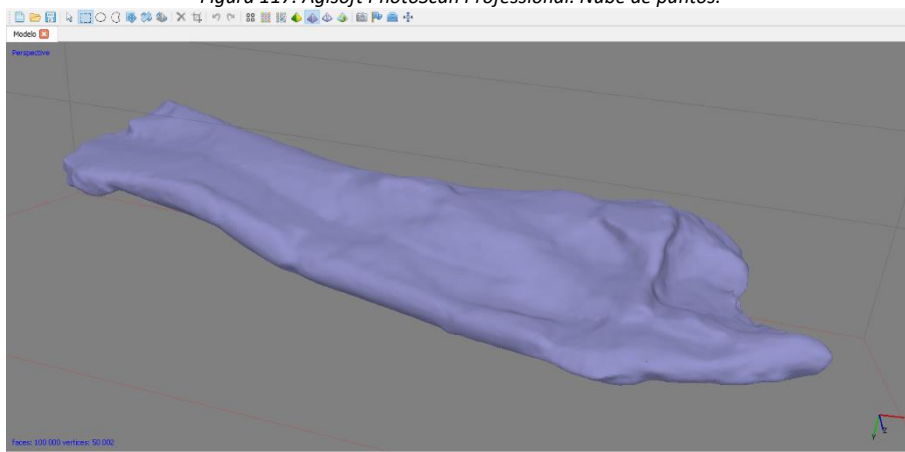


Figura 118. Agisoft PhotoScan Professional. Forma tridimensional de la pieza.

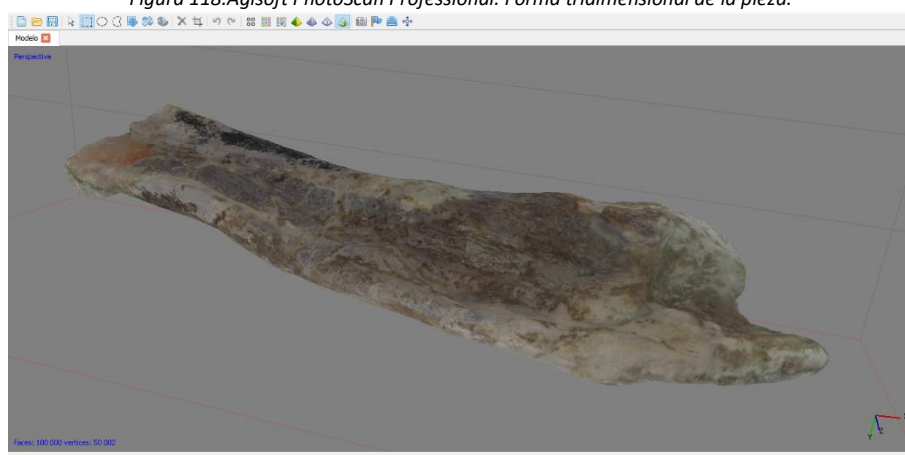


Figura 119. Agisoft PhotoScan Professional. Forma tridimensional con texturizado.

Gracias a esta técnica se consigue visualizar la forma exacta de la pieza y así jugar con ella en el espacio tridimensional. Da la posibilidad de realizar mapeos de daños, análisis estructurales, impresiones 3D para reproducciones, sacar negativos para embalajes o cajas de transporte, etc. Un gran avance aplicado a la metodología de la conservación preventiva y reproducción de piezas para exposiciones.

Anexo VI. Referencias gráficas:

Figuras:

Figura 1. Emplazamiento geográfico y geológico del yacimiento paleontológico de "Lo Hueco". A) Localización general. B) Situación detallada dentro del Sinclinal Arcas-Fuentes, con el trazado de la siguiente figura. C) Perfil del mismo sinclinal. D) Vista aérea del yacimiento. Fuente: (González Riga, Lamanna, Ortiz David, Calvo, & Coria, 2016)	10
Figura 2. 1) Reconstrucción de un ecosistema del Cretácico Superior Ibérico; 2) Extracción de la serie caudal de un saurópodo Titanosaurio; 3) Proceso de perfilado de elementos óseos de la serie de vértebras cervicales de un saurópodo Titanosaurio; 4) Excavación de elementos apendiculares asociados a una cintura pélvica de un saurópodo titanosaurio; 5) Cráneo del cocodrilo aligatorioide Musturzabalsuchus. Fuente: (Ortega et al., 2015).	12
Figura 3. Fósil de vertebra caudal de Saurópodo Titanosaurio del yacimiento de "Lo Hueco" ..	13
Figura 4. Icnofósil. Fuente: Xatakaciencia	13
Figura 5 División anatómica ósea de los Saurópodos Titanosaurios.	14
Figura 6. Esquema comparativo de fémur de saurópodo titanosaurio (izquierda) y fémur humano (derecha). Se muestran las principales partes de un fémur	15
Figura 7. Desengasado del fémur	17
Figura 8. Estado inicial del fémur. Eliminación de matriz arcillosa.	17
Figura 9. Molido de muestra de arcilla con piedra de ágata	23
Figura 10. Muestras cúbicas.	24
Figura 11. Extracción de granos de mineral metálico.	24
Figura 12. Colección de micropartículas de mineral metálico recogidas de los diferentes tipos de materiales estudiados.	24
Figura 13. Ultrasonidos.	25
Figura 14. Tubos de ensayo con soluciones arcillosas.	25
Figura 15. Pipeteado de agregados orientados sobre placa de vidrio.	26
Figura 16. Muestra de agregado orientado seca.	26
Figura 17. pH-metro con celda y sonda de temperatura (izquierda). Medición de pH de la solución de arcilla de muestra MA (derecha).	27
Figura 18. Observación con microscopio óptico digital.	27
Figura 19. Esfera de interpretación CIELab.	28
Figura 20. Colorímetro Precise Color Reader TCR 200.	28
Figura 21. Medición de color de muestra en polvo.	28
Figura 22. Microscopio Óptico de Luz Polarizada Olympus BH-2 con cámara DSLR acoplada conectada a un ordenador.	29
Figura 23. JEOL JSM 63000 (SEM) con Microanalizador acoplado de Energías Dispersivas de Rayos X (EDX) Oxford 6699 ATW.	29
Figura 24. Portamuestras.	30
Figura 25. Esquema del fundamento de la Ley de Bragg de la Difracción de Rayos X. Imagen extraída de la red de Autor desconocido bajo licencia CC BY-SA	31
Figura 26. Cámara de análisis DRX.	32
Figura 27. Detalle de posicionamiento de una placa de vidrio con agregados orientados en difractor.	32
Figura 28. Difractómetro Pananalytical X-Pert (SIDIX-SEGAI).	32
Figura 29. Muestra cruda antes y después de adición de la disolución acuosa de HCl. Vista a 40x.	33

Figura 30. Interpretación por coordenadas CIELab.....	34
Figura 31. Microfotografía MOLP de partícula ferruginosa procedente de la localización MA. 50x.....	36
Figura 32. Microfotografía MOLP de partícula ferruginosa procedente de la localización MB. 50x.....	36
Figura 33. Difractograma de la muestra MA.....	41
Figura 34. Difractograma de la muestra MA1.....	41
Figura 35. Difractograma de la muestra MA2.....	42
Figura 36. Difractograma de la muestra MA3.....	42
Figura 37. Difractograma de la muestra MA-1-EG.....	42
Figura 38. Aplicación de papetas.....	49
Figura 39. Catas de limpieza.....	49
Figura 40. Medición de humedad superficial tras la aplicación de papetas.....	49
Figura 41. Extracción de fragmentos de arcillas.....	50
Figura 42. Preparación de probetas.....	50
Figura 43. Probetas de arcilla.....	50
Figura 44. Inmersión de probeta en consolidante.....	51
Figura 45. Cámara de envejecimiento acelerado. Arco-Xenón Suntest XXL+.....	51
Figura 46. Introducción de probetas en la cámara de envejecimiento controlado.....	51
Figura 47. Visualización de las probetas.....	51
Figura 48. Medida de dureza con durómetro.....	52
Figura 49. Aplicación de consolidante por goteo.....	53
Figura 50. Microscopio Estereoscópico Modelo 2000C ZEISS.....	53
Figura 51. Cámara de humedad.....	54
Figura 52. Medida de humedad de arcillas en polvo.....	55
Figura 53. Desecador con muestras en polvo y sulfato de cobre.....	55
Figura 54. Probeta PB72A a 6,5x. Visualización con lupa estereoscópica.....	57
Figura 55. Probeta PB72A a 40x. Visualización con lupa estereoscópica.....	57
Figura 56. Resultados de ensayo de absorción forzosa.....	58
Figura 57. Probeta con consolidante en ensayo de absorción forzosa. Nano Estel prop. 1:1.....	58
Figura 58. Probeta con consolidante en ensayo de absorción forzosa. Paraloid B72 al 5% en Acetona.....	58
Figura 59. Consolidación por goteo. Estel 1200.....	59
Figura 60. Consolidación por goteo. PVA al 10% en agua.....	59
Figura 61. Eliminación en fractura de restos de arcilla.....	66
Figura 62. Limpieza mecánica de restos arcillosos.....	66
Figura 63. Limpieza mecánica de costra ferrosa.....	66
Figura 64. Limpieza de arcilla con papeta.....	67
Figura 65. Aplicación de papeta en costra de hierro.Figura.....	67
66. Limpieza con hisopo humedecido en acetona.....	67
Figura 67. Eliminación de papeta.....	67
Figura 68. Resultado de la limpieza.....	67
Figura 69. Grieta producida por formación yesífera.....	68
Figura 70. Limpieza previa a la reintegración.....	68
Figura 71. Proceso de reintegración.....	68
Figura 72. Resultado final.....	68
Figura 73. Fragmento desprendido.....	69
Figura 74. Aplicación del adhesivo.....	69

Figura 75. Fijación de un fragmento.	69
Figura 76. Aplicación del adhesivo con brocha.	70
Figura 77. Fijación del fragmento mayor.	70
Figura 78. Consolidación de la grieta.	70
Figura 79. Reintegración de la grieta.	70
Figura 80. Proceso de reintegración.	70
Figura 81. Pieza antes de la reintegración.	71
Figura 82. Pieza después de la reintegración.	71
Figura 83. Consolidación por goteo de cavidades producidas por insectos necrófagos.	72
Figura 84. Resultado de la consolidación.	72
Figura 85. Aplicación de consolidación final.	72
Figura 86. Diferencia en parte no consolidada (izquierda) y parte consolidada (derecha).	72
Figura 87. Comparativas de los resultados después de la restauración.	73
Figura 88. Antes de la restauración.	74
Figura 89. Después de la restauración.	74
Figura 90. Antes de la restauración.	74
Figura 91. Después de la restauración.	74
Figura 92. Antes de la restauración.	75
Figura 93. Después de la restauración.	75
Figura 94. Antes de la restauración.	75
Figura 95. Después de la restauración.	75
Figura 96. Cavidades producidas por los insectos necrófagos.	76
Figura 97. Cavidades consolidadas.	76
Figura 98. Materiales utilizados.	77
Figura 99. Esquema del contenedor de almacenaje.	77
Figura 100. Corte de espuma de polietileno.	78
Figura 101. Forrado de la espuma con tejido no tejido de polipropileno.	78
Figura 102. Adhesivo de contacto.	78
Figura 103. Aplicación del adhesivo.	78
Figura 104. Visualización de la pieza en el contenedor.	79
Figura 105. Detalle de puntos de apoyo de la pieza.	79
Figura 106. Detalle de puntos de apoyo de la pieza.	79
Figura 107. Visualización de la pieza en el contenedor.	79
Figura 108. Microfotografía de MA-F con luz transmitida.	85
Figura 109. . Microfotografía de MB-F con luz transmitida.	85
Figura 110. Difractograma de muestra MB "cruda".	86
Figura 111. Difractograma de muestra MB1.	86
Figura 112. Difractograma de muestra MB2.	87
Figura 113. Difractograma de muestra MB3.	87
Figura 114. Difractograma de muestra MB1-EG.	87
Figura 115. Pieza preparada para la toma de imágenes.	89
Figura 116. Ring-Light LED.	89
Figura 117. Agisoft PhotoScan Professional. Nube de puntos.	90
Figura 118. Agisoft PhotoScan Professional. Forma tridimensional de la pieza.	90
Figura 119. Agisoft PhotoScan Professional. Forma tridimensional con texturizado.	90

Tablas:

Tabla 1. Adaptación de tabla la International Chronostratigraphic Chart v2017/02 en la que se expresa la cronoestratigrafía desde la actualidad hasta el final de la era mesozoica. Señalado en rojo el lapso Campaniense superior-Maastrichtiense inferior. Fuente: (Comisión Internacional de Estratigrafía, 2013).....	11
Tabla 2. Taxonomía de los Titanosaurio. Fuente: (Wilson, 2006).....	14
Tabla 3. Ficha identificativa de bienes paleontológicos. Fémur de Saurópodo Titanosaurio. ...	16
Tabla 4. Ficha identificativa. Fémur HUE-1209.	19
Tabla 5. Ficha identificativa. Fémur HUE-031-08.....	20
Tabla 6. Ficha identificativa. Fémur HUE-1366.	21
Tabla 7. Asignación de nomenclaturas para muestras de arcillas.	23
Tabla 8. Localización de mineral de hierro y cuantía en gramos.	33
Tabla 9. Medidas de pH.....	33
Tabla 10. Presencia de carbonatos.	33
Tabla 11. Colorimetría de muestras cúbicas y muestras en polvo.....	34
Tabla 12. Colorimetría sobre muestras cúbicas.	34
Tabla 13. Colorimetría sobre muestra	34
Tabla 14. Colorimetría sobre apregados orientados.....	34
Tabla 15. Micro observación con Microscopio óptico de con luz polarizada.	35
Tabla 16. Estudio SEM/EDX muestra MA.	37
Tabla 17. Estudio SEM/EDX muestra MB..	38
Tabla 18. Estudio SEM/EDX muestra MA-F.....	39
Tabla 19. Estudio SEM/EDX de muestra MB-F.	40
Tabla 20. Compuestos en muestras crudas: Análisis DRX.....	44
Tabla 21. Ciclos de envejecimiento.....	52
Tabla 22. Resultado de transmisión de humedad.....	55
Tabla 23. Resultados de limpieza con papeta.....	55
Tabla 24. Resultados de consolidación por inmersión.....	56
Tabla 25. Resultados de la visualización con lupa estereoscópica.	57
Tabla 26. Resultados de consolidación por goteo.....	59
Tabla 27. Resultados de la acción de la consolidación por goteo. Visualización con lupa estereoscópica.	62
Tabla 28. Resultados de absorción en cámara de humedad.	62
Tabla 29. Resultados de desecación.	62
Tabla 30. Picos detectados de Agregados Orientados de las series MA y MB.....	88