

UTILIZACIÓN DE LA TÉCNICA DE MICRODIFRACCIÓN (M-XRD) EN EL ESTUDIO DE PIGMENTOS EN PIEZAS DE PATRIMONIO CULTURAL

M.P. Gómez-Tena, E. Zumaquero, C. Machí

Instituto de Tecnología Cerámica (ITC). Asociación de Investigación de las
Industrias Cerámicas (AICE). Universitat Jaume I. Castellón. España.
pilar.gomez@itc.uji.es

1. INTRODUCCIÓN

El estudio de materiales de interés histórico, artístico y de patrimonio cultural se está convirtiendo en una línea de investigación en auge, no sólo dentro del campo de la conservación y restauración, sino de la arqueología en general, como método de obtención de información de civilizaciones antiguas sobre procesos productivos, comercio o migraciones.

El carácter destructivo de muchas técnicas analíticas, ha limitado los estudios sobre el patrimonio, ya que se ha primado la conservación de éste frente a la información que se pudiera obtener. No obstante, la continua mejora de la instrumentación científica, ha hecho posible el estudio de estos materiales de forma no destructiva, es decir, de forma que no se degrade ni altere su aspecto. La microdifracción de rayos X permite realizar un estudio completo de la mineralogía de muestras de patrimonio artístico y cultural [1].

2. OBJETIVO Y MOTIVACIONES

El objetivo principal de este trabajo es la caracterización mineralógica de pigmentos utilizados en la fabricación de azulejos en la Comunidad Valenciana en los siglos XIV a XX utilizando una técnica no destructiva como es la microdifracción de rayos X (μ -XRD). La técnica permite el estudio mineralógico de la superficie de piezas de patrimonio cultural de elevado valor, utilizando un haz de rayos X colimado que incide sobre un área muy pequeña en la muestra, pudiendo analizar superficies rugosas, defectos e incluso pequeños detalles que no pueden ser analizados utilizando la técnica de difracción de rayos X convencional [2].

Con el desarrollo de este método se pretende disponer de nuevas metodologías de ensayo en las cuales se incorpora un haz paralelo de rayos X y un detector de elevada sensibilidad de estado sólido pudiéndose, de esta forma, obtener información estructural de muestras de tamaño muy pequeño.

3. METODOLOGÍA Y MATERIALES

El análisis se realiza con un difractómetro de rayos X Theta-Theta modelo D8 Advance de Bruker, con geometría Bragg-Bentano y espejo Göbel, colimador de haz primario y un láser que enfoca el haz de difracción en un punto de la superficie a analizar, y un detector de alta resolución de estado sólido (Vantec). Los análisis se han realizado con fuente de cobre, intensidad de 40kV-40mA, rendija de 0,5°, constante de tiempo de 5 segundos y tamaño de paso de 0,06°.



4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Para el análisis de microdifracción se ha seleccionado una pequeña área de la superficie de cinco azulejos de los siglos XIV a XX con diferentes tonalidades verdes, para el estudio de los pigmentos que lo componen.

Tras la evaluación de los resultados obtenidos se observa que los diferentes tonos verdosos, se deben fundamentalmente a la presencia de fases cristalinas con estructuras de espinelas de Co-Zn-Cr, estructura tipo pirocloro Pb-Fe-Sn-O o estructura granate Ca-Cr-Si-O. Junto con estas fases, también se encuentran presentes en la superficie de las piezas agentes opacificantes como es el óxido de estaño o cuarzo. También se ha observado la ausencia de estructuras cromóforas en alguna de las piezas estudiadas, lo cual indica que el tono verde se debe a la presencia de cobre disuelto en la matriz vítrea [3].

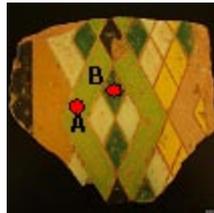
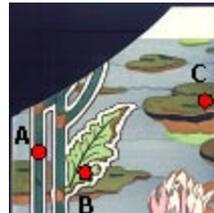
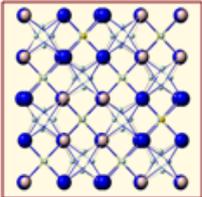
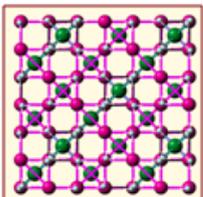
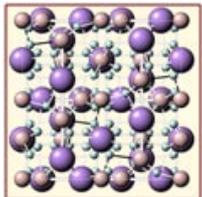
A1 (s XIV)	A2 (s XIX)	A3 (s. XIX)	A4 (s. XIX)	A5 (s. XX)
				
Casiterita	Casiterita Grupo Pirocloro Cuarzo	Casiterita Grupo Pirocloro Cuarzo	Zona A Casiterita Grupo Pirocloro Zona B Casiterita Cuarzo	Zona A Casiterita Espinela Zona B Casiterita Grupo Pirocloro Uvarovita Cuarzo Zona C Casiterita Grupo Pirocloro
				
<i>Estructura pirocloro</i>	<i>Estructura espinela</i>	<i>Estructura granate</i>		

Tabla 1. Fases cristalinas identificadas en los azulejos analizados y zonas medidas
 Casiterita= SnO_2 ; Grupo pirocloro= $Pb_2Fe_{0.5}Sb_{1.5}O_{6.5}$; Cuarzo= SiO_2 ; Espinela= $(Co,Zn)Cr_2O_4$;
 Uvarovita (Granate) = $Ca_3Cr_2(SiO_4)_3$

5. CONCLUSIONES

La técnica de microdifracción, permite análisis de piezas de pequeño y gran formato con formas curvas y superficies irregulares, enfocando en zonas de medida muy pequeñas, con una elevada sensibilidad.

Se ha podido realizar, mediante la metodología propuesta, el estudio mineralógico de pigmentos cerámicos de forma no destructiva, en piezas de azulejo pertenecientes al patrimonio valenciano. Siendo la información obtenida de utilidad en los estudios de datación y restauración del patrimonio artístico.

Las estructuras determinadas, correspondientes a tonalidades verdes, han sido: Grupo pirocloro= $Pb_2Fe_{0.5}Sb_{1.5}O_{6.5}$; Espinela= $(Co,Zn)Cr_2O_4$ y Uvarovita (Granate) = $Ca_3Cr_2(SiO_4)_3$.

AGRADECIMIENTOS

La realización del presente trabajo ha sido apoyado por la Unión Europea a través del Fondo Europeo de Desarrollo Regional y por el IMPIVA (Generalitat Valenciana). (IMIDIC/2009/2 –IMIDIC/2010/75).

BIBLIOGRAFÍA

- [1] VIZCAINO MARTÍ, M.E. Cerámica barroca en Valencia, Valencia: Ayuntamiento de Valencia, 1998.
- [2] DOMÉNECH CARBÓ, M.T.; YUSÁ MARCO, D.J. Aproximación al análisis instrumental de pigmentos procedentes de obras de arte. Valencia: UPV, 2006.
- [3] HACKENS, T.; SCHVOERER, M. Datation-caractérisation des céramiques anciennes: cours intensif européen. Paris: CNRS, 1984.