

Los estucos-mármol del Palacio del Congreso de los Diputados de Madrid. Parte II: Estudio técnico de los cuatro escritorios

M^a Isabel Báez Aglio*, Juan Luis Baldonado Rodríguez**, M^a José García Molina*, Olvido Conejo Sastre* y Alfonso Rodríguez Muñoz**

Este trabajo se presenta como la segunda parte del estudio del conjunto artístico de estucos-mármol del Palacio del Congreso de los Diputados de Madrid. El objetivo es realizar un examen técnico de los estucos-mármol de los cuatro Escritorios del Palacio. El estudio se basa en numerosas micromuestras tomadas de los mismos: estudio morfológico de partículas individuales mediante microscopía óptica (MO), microscopía electrónica de barrido (MEB) y microscopía electrónica de transmisión (MET); análisis elemental mediante microanálisis por dispersión de energía de rayos X (DEX) con MEB y MET e identificación cristalina a partir de la difracción de electrones (DE) con MET. Se ha comprobado la existencia de un yeso de gran finura y pureza. Los pigmentos utilizados son mayoritariamente tierras naturales amarillas, ocres, rojas y verdes; se presentan los resultados relativos a la identificación de algunos ejemplos.

Palabras clave: estucos, marmoleado, materiales artísticos, Congreso de los Diputados, microscopía óptica, microscopía electrónica.

THE MARBLE STUCCOES IN THE PALACIO DEL CONGRESO DE LOS DIPUTADOS (THE HOUSE OF COMMONS) IN MADRID. PART II: TECHNICAL STUDY OF THE FOUR CHAMBERS

This paper forms the second part of a study on the artistic group of marble stuccoes in the Palacio del Congreso de los Diputados in Madrid. The aim is to carry out a technical examination of the marble stuccoes in the four chambers of the Palace. This study was based on numerous micro-samples which were taken: individual particle morphology using optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM); elemental analysis through microanalysis using x-ray diffraction (XRD) with SEM and TEM and crystallographic identification using electron diffraction (ED) with TEM. The existence of a very fine high-grade plaster was confirmed. The pigments used were mostly of natural origin such as yellow, ochre, red and green earths; the results relative to the identification of some examples are presented herein.

Key words: stuccoes, marbling effect, artistic materials, Palacio del Congreso (House of Commons), optical microscopy, electron microscopy.

* Dpto. Pintura-Restauración. Facultad de Bellas Artes. Madrid.

** Centro de Microscopía y Citometría. Universidad Complutense de Madrid.

Recibido: 21/11/05
Aceptado: 16/01/05

Introducción

El arte del yeso en España tiene una notable tradición; los ricos terrenos yesíferos han proporcionado desde tiempos antiguos material de buena calidad y, consecuentemente, su extracción y preparación son conocidas sobradamente desde antaño. Pero, además, el yeso se presenta de forma sistemática en el campo artístico: desde material de modelado o vaciado hasta componente importante en procedimientos pictóricos, sin olvidar su presencia en la arquitectura hispana y en obras murales; así, son numerosos los testimonios de yeserías y estucos, especialmente en la zona central y meridional de la Península.

Como ya se ha señalado en la Parte I de este trabajo, dentro de las numerosas manifestaciones artísticas que tienen como principal componente el yeso, los estucos-mármol constituyen un importante grupo, que ha convivido junto con las grandes técnicas artísticas murales, si bien relegado, generalmente, al ámbito de las artes decorativas. Constituyen uno de los trabajos artísticos más complejos de los yesos, permitiendo imitar a la perfección superficies de mármol sin necesidad de la pintura. La técnica se manifiesta en todo su esplendor fundamentalmente a partir de la admiración renacentista por los mármoles romanos, y posteriormente debido al gran desarrollo que experimenta la arquitectura suntuaria francesa en el S. XVII y el gusto por los materiales nobles; se trata, en general, de ofrecer una apariencia lujosa a bajo precio. Comienza así uno de los períodos de mayor auge del estuco-mármol, ya que ofrece la posibilidad de emular a la perfección las ricas superficies marmóreas, reproduciendo fielmente el grano, vetado y brillo, además, con un material como el yeso, abundante y barato.

La gran diversidad de los yesos y su preparación -por un lado-, así como la dispersa documentación sobre los numerosos materiales, procedimientos y métodos de preparación antiguos, hacen difícil establecer una metodología precisa en relación con los procesos de elaboración tradicionales, de inestimable valor para llevar a cabo un posible estudio de estos trabajos.

Existen numerosas variaciones del método de elaboración de estos estucos. De forma general (Lade y Winkler, 1960), el proceso se inicia mezclando el yeso hemihidrato con cola y otros aditivos; se separan varias partes de la masa total, que se colorean con pigmentos según los colores del mármol que se pretende imitar. Seguidamente, para representar el vetado se prepara una pasta fluida del yeso con los colores de las vetas dominantes, se practican unas hendiduras en las masas y se vierten los colores del vetado. Se cortan trozos de cada masa a modo de rebanadas de 7,5 a 10 mm de espesor y se aplican a la pared. Se suele empezar por la masa de tonalidad más clara, después se continúa por las intermedias para terminar con las oscuras. Una vez hecha la aplicación se repasa la superficie con cuchilla para dejarla plana y seguidamente se aplica pasta fluida de tono intermedio, procurando que los poros queden bien cerrados. A continuación se sigue frotando con más pasta en húmedo con ayuda de brocha y espátula de madera. La parte final del trabajo consiste en frotar repetidamente con piedra pómez hasta dejar una superficie bastante compacta. Estas operaciones son de especial importancia, ya que permiten que la superficie quede totalmente sellada (imitando la superficie compacta del mármol). Una vez seca, se frota con aceite de linaza, se encera y abrillanta. Esta descripción se basa en las indicaciones de D. Ramón Pasqual Díez (1785), autor de uno de los manuales más conocidos que se ha escrito sobre este tipo de trabajos, en la actualidad referencia indispensable de cualquier investigador.

Desde el punto de vista científico, el análisis y caracterización de los materiales constitutivos de estos estucos puede ser abordado con diferentes técnicas analíticas e instrumentales, desarrolladas en la actualidad con éxito para el estudio de otros materiales artísticos. En este sentido, la microscopía ofrece grandes posibilidades, ya que permite conocer numerosos datos sobre la naturaleza y características de los materiales empleados. La microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB), junto con técnicas microanalíticas, normalmente espectrometría por dispersión de energía de rayos X (DEX), se vienen aplicando desde hace tiem-

po con excelentes resultados para la caracterización de materiales pictóricos, principalmente de naturaleza inorgánica; por otro lado, y más recientemente, la utilización de la microscopía electrónica de transmisión (MET) ha supuesto una interesante alternativa para el estudio de estos materiales en estrato pictórico (Barba y col., 1995; San Andrés y col., 1997). Se trata de una técnica más precisa, que permite el estudio individualizado de cada uno de los componentes de un determinado estrato, mediante el microanálisis cualitativo y cuantitativo por DEX y, especialmente, la determinación de su estructura cristalina por difracción de electrones, lo que permite una completa y exacta identificación de partículas individuales en muestras, además, de muy pequeño tamaño, dato de especial interés cuando se aborda el estudio de obras artísticas.

Este trabajo constituye la segunda parte del estudio de los estucos-mármol del Palacio del Congreso de los Diputados de Madrid; en concreto, se presentan los resultados relativos al examen técnico de los estucos en los cuatro pequeños gabinetes adyacentes al Salón de Conferencias: Escritorio de Conferencias de Prensa, Escritorio de Lectura de Prensa, Escritorio de la Constitución y Escritorio del Reloj. El estudio se apoya fundamentalmente en el empleo de las técnicas microscópicas antes citadas, destacando los valiosos datos a los que la MET permite acceder en cuanto a la exactitud de los resultados (San Andrés y col., 2001).

Metodología

Para realizar el estudio propuesto se han extraído un total de 23 micromuestras de los estucos que cubren los cuatro pequeños escritorios. El número, así como el criterio de selección, garantizan un completo examen de toda la gama cromática de los morteros, incluso los diferentes matices dentro de un mismo color. En general, los estucos imitan mármoles grises, azules, tostados y verdes, todos ellos en distintas tonalidades; así, por ejemplo, se pueden apreciar desde cremas muy claras hasta ocres amarillos, verdes pálidos y otros prácticamente negros, rojizos y tostados oscuros.

Como aspectos de mayor interés de este estudio se pueden resaltar el examen morfológico de las partículas (MO, MEB y MEB-FEG) y microanálisis por dispersión de energía de rayos X (DEX) en MEB y MET, así como la identificación de la estructura cristalina por difracción de electrones (DE-MET). Los datos a los que es posible acceder tras este estudio técnico están contribuyendo a la caracterización de la naturaleza y propiedades morfológicas y estructurales de los estucos. En este trabajo se presenta una pequeña parte de los resultados obtenidos, referidos básicamente a la identificación de los pigmentos más representativos que se han utilizado para colorear los morteros. Asimismo, se hará más énfasis en los resultados puntuales a los que se ha podido acceder mediante la difracción de electrones de algunos de ellos.

Condiciones de trabajo

Para el estudio con luz visible se ha empleado un microscopio de polarización, marca ZEISS, mod. Jenapol. Está equipado con sistema de epi-iluminación y luz transmitida, así como con cuatro objetivos de 32X, 100X, 220X y 500X para cada tipo de iluminación. El equipo está provisto de dispositivo de microfotografía, marca ZEISS, mod. MF-AKS24 x 36 AUTOMATIC. Como instrumento de apoyo se ha contado con estereomicroscopio, marca ZEISS, mod. Citoval 2.

En MEB se han utilizado dos equipos de la marca JEOL; por un lado un microscopio Field Emission Gun (FEG) modelo JSM 6335F, con una resolución de 1,5 nm a 15 kV y 4 mm de distancia de trabajo. El segundo equipo es un modelo JSM 6400; tiene una resolución de 3,5 nm, a una distancia de trabajo de 8 mm. y 35 kV y lleva incorporado un espectrómetro de dispersión de energía de rayos X, marca OXFORD, mod. INCA, con detector de Si(Li) y resolución de 138 eV a 5,39 keV.

Para MET se ha empleado un microscopio electrónico de transmisión marca JEOL modelo 2000 FX con una tensión de aceleración de 200 kV. Está equipado con un portamuestras de doble inclinación (hasta un máximo de $\pm 45^\circ$) con un desplazamiento vertical de 0,5 mm y una resolución entre puntos de 3,1 Å. Lleva incorporado un espectrómetro de dispersión de energía de rayos X, marca OXFORD, modelo ISIS, con resolución de 136 eV a 5,39 keV.

Preparación de las muestras

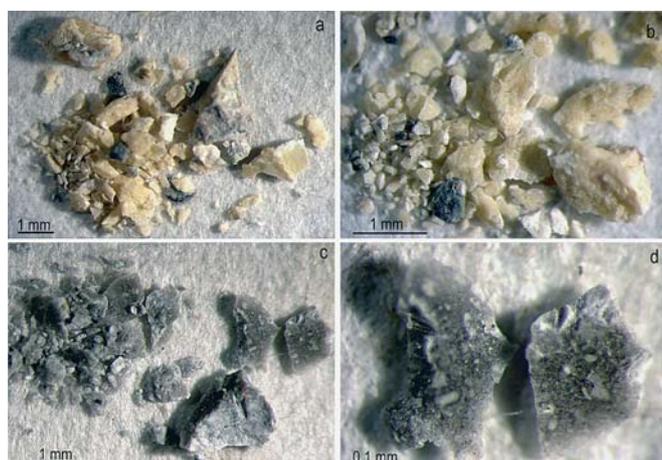
Se ha trabajado simultáneamente con dos tipos de muestras:

- *Micromuestras sin inclusión* (estereomicroscopio, MEB-FEG), a fin de observar claramente su fractura y características topográficas con precisión. Para su examen con luz visible (estereomicroscopio) las muestras se observan directamente, mientras que para su estudio con MEB-FEG se colocan sobre un portamuestras cilíndrico de carbón con la ayuda de un pegamento conductor y después se hacen conductoras mediante una metalización con oro.
- *Micromuestras incluidas en resina* (MO, MEB y MET), en las que el estudio se realiza a partir de una sección de la muestra.

Para trabajar en MEB, se incluyen en una resina de metacrilato de metilo y se preparan en capa fina sobre un portamuestras del mismo material. A continuación se hace conductora depositando sobre la superficie una película de carbón aproximadamente de 5-10 nm de espesor, mediante un proceso de evaporación de grafito en cámara de vacío.

Para el estudio en MET el proceso es más complejo, ya que es necesario realizar cortes ultrafinos, apropiados a las características del equipo: resistentes al elevado contenido energético del haz de electrones y suficientemente finos para que el haz atraviese la muestra; además estos cortes deben contener todas las partículas de la micromuestra sin alterar. Para ello, se incluyen en una resina epoxídica (SPURR) que reúne las características adecuadas de fluidez, dureza y neutralidad química. Se trata de una resina que polimeriza de manera uniforme, es estable a las condiciones de trabajo y al haz de electrones y únicamente contiene componentes orgánicos, con exclusión de todo aditivo mineral. El proceso completo comprende las etapas de deshidratación, impregnación gradual e inclusión en moldes de silicona. Los cortes ultrafinos (50-100 nm de espesor) se obtienen mediante un ultramicrotomo provisto con cuchilla de diamante; se depositan sobre una rejilla (cobre, oro, aluminio, nylon, etc) recubierta con un ester de celulosa (acetato butirato de celulosa) y se vaporiza sobre la superficie una película de carbón, de las características ya descritas.

Fig. 1. Imágenes con luz visible (estereomicroscopio). Muestras sin incluir. Escritorio de Conferencias de Prensa. a) y b) Estuco ocre amarillo. c) y d) Estuco gris (veta de tono medio).



Resultados y discusión

Estudio de muestras sin incluir

Como fase inicial del estudio técnico, se han examinado las muestras sin incluir con luz visible (estereomicroscopio) y microscopía electrónica de barrido (MEB-FEG). En las Figuras 1-6 se muestran diferentes imágenes de algunas de ellas con luz visible, que permiten un primer acercamiento a su examen morfológico: granulometría muy fina y regular, así como una coloración homogénea de las masas.



Fig. 2. Imágenes con luz visible (estereomicroscopio). Muestras sin incluir. Escritorio de Conferencias de Prensa. Estuco rojo y amarillo. a) y b) Veta roja y blanca. c), d), e) y f) Veta amarilla.

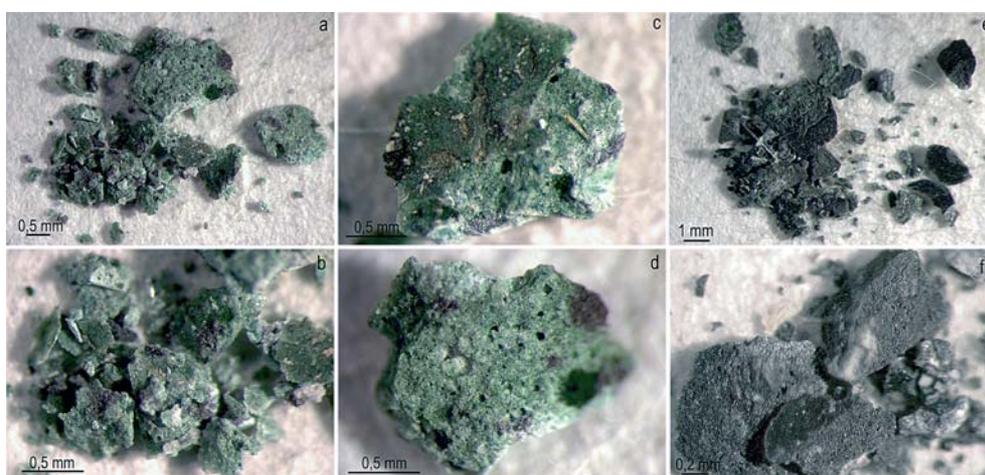


Fig. 3. Imágenes con luz visible (estereomicroscopio). Muestras sin incluir. Escritorio de Conferencias de Prensa. Estuco verde oscuro del zócalo inferior. a), b), c) y d) Veta tono medio. e) y f) Veta tono oscuro.

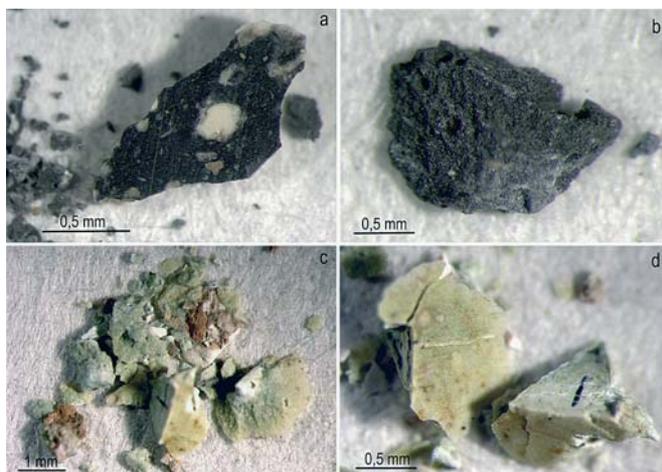


Fig. 4. Imágenes con luz visible (estereomicroscopio). Muestras sin incluir. Escritorio de Lectura de Prensa. Estuco verde oscuro y ocre. a) y b) Veta verde oscuro. c) y d) Veta ocre. e) y f) Veta verde oscuro.

En las Figuras 7, 8 y 9, por su parte, se muestra un ejemplo de la fractura del mortero en MEB-FEG a diferentes aumentos, representativa de la morfología de todos los estucos. Se observa la irregularidad que proporciona la fractura del mortero y la forma precisa de las partículas; se puede apreciar claramente la típica estructura de los yesos dihidratados: gran abundancia de cristales aciculares de similar tamaño, junto con maclas y partículas tabloides. Todas ellas presentan masa compacta con abundantes microporos de pequeño tamaño (en general no superan 100 μm).

Fig. 5. Imágenes con luz visible (estereomicroscopio). Muestras sin incluir. Escritorio del Reloj. a), b) y c) Estuco ocre oscuro. d) y e) Estuco ocre amarillo.

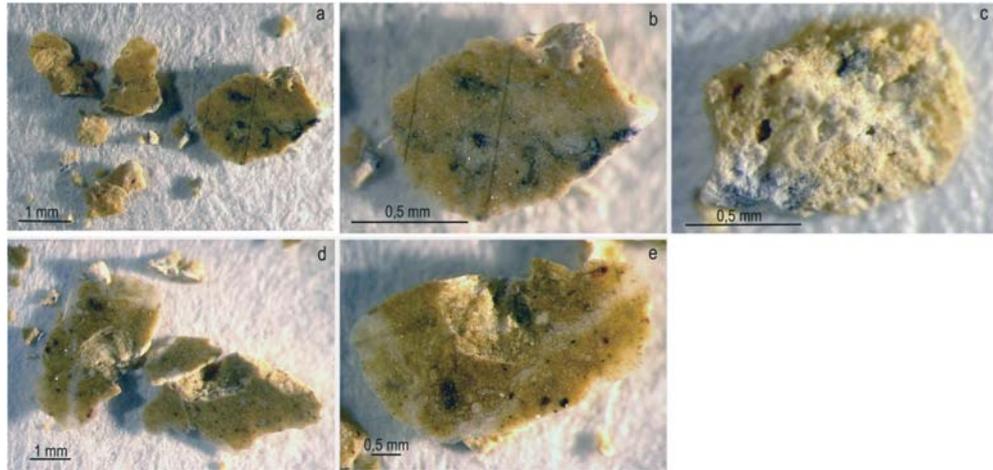


Fig. 6. Imágenes con luz visible (estereomicroscopio). Muestras sin incluir. Escritorio de la Constitución. a) y b) Estuco blanco rosado. c), d), e) y f) Estuco pardo rojizo.

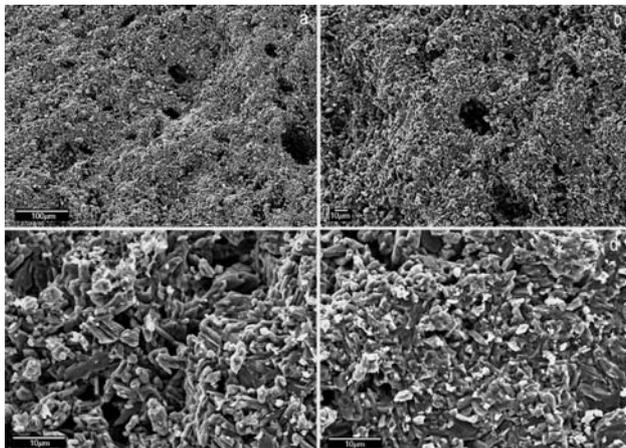
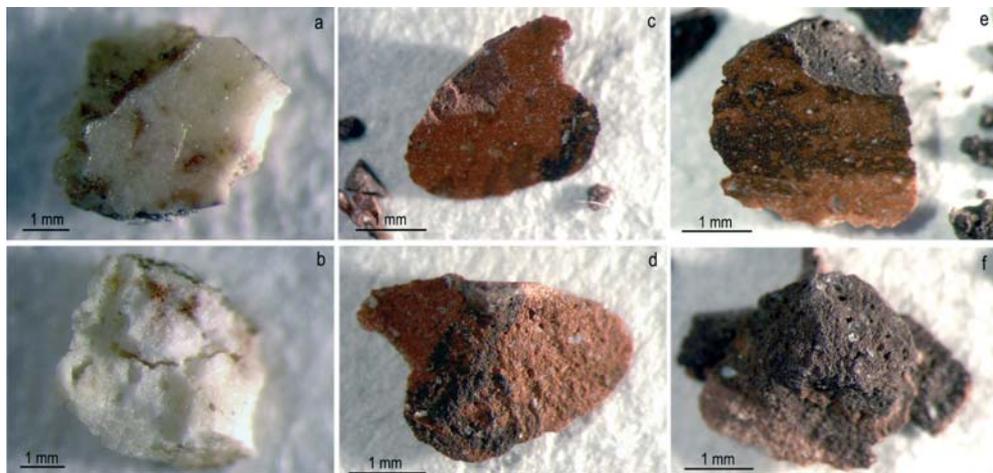


Fig. 7. Escritorio de Conferencias de Prensa. Muestra sin incluir de estuco gris. Imágenes generales a diferentes aumentos de los estucos en MEB (FEG). Electrones secundarios. Fractura en muestras sin incluir.

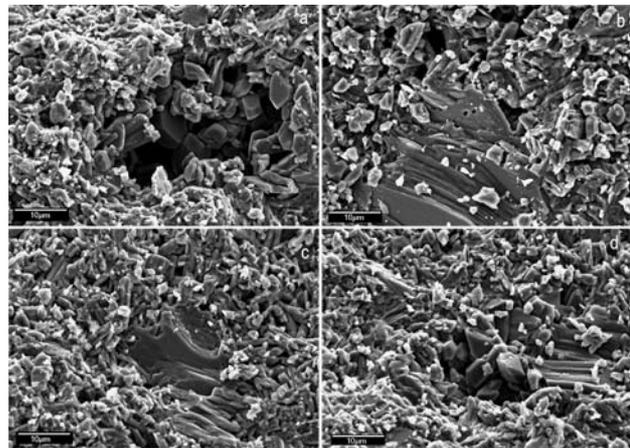


Fig. 8. Escritorio de Conferencias de Prensa. Muestra sin incluir de estuco gris. Imágenes de detalle en MEB (FEG). Electrones secundarios. Fractura en muestra sin incluir. a) Detalle de la distribución de partículas en un microporo. b), c) y d) Tablillas de mayor tamaño mezcladas con gran cantidad pequeños cristales aciculares, tabloides y maclas.

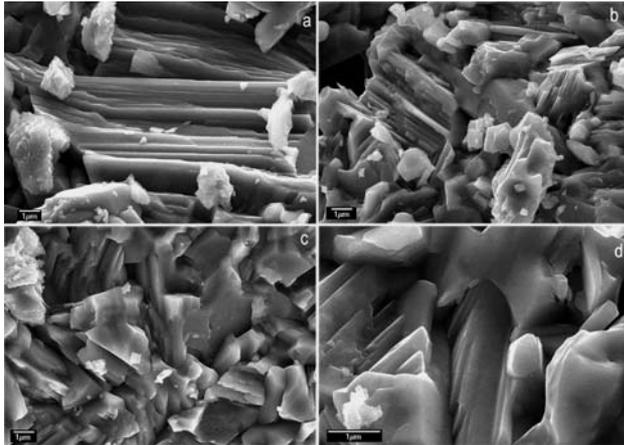


Fig. 9. Escritorio de Conferencias de Prensa. Muestra sin incluir de estuco gris. Imágenes en MEB (FEG). Electrones secundarios. Fractura en muestra sin incluir. Detalles a grandes aumentos (La fig. 9a corresponde a un detalle de la imagen que muestra la fig. 8d).

Estudio de muestras incluidas en resina

El examen con MO de las secciones de las muestras ya incluidas en resina permiten observar la distribución de los pigmentos y cargas dentro del mortero. En general, muestran una granulometría homogénea en la matriz de yeso, con un reparto desigual de los productos pigmentarios: algunas partículas muy pequeñas, homogéneas y distribuidas de forma regular, junto con granos de color irregulares en tamaño y distribución; en las Figuras 10, 11, 12, 13, 14 y 15 se muestran las secciones de algunas muestras en microscopio óptico.

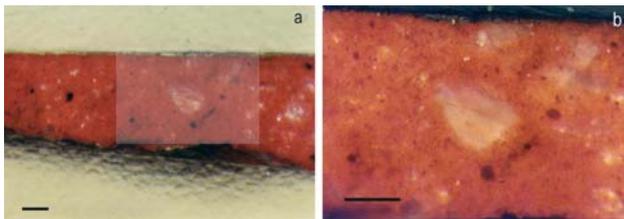


Fig. 10. Sección de muestras incluidas en resina (MO). Epi-iluminación (barra 100µm). Escritorio de la Constitución, estuco pardo rojizo. a) Imagen general. b) Detalle ampliado de la zona señalada en la anterior. La coloración se ha obtenido mediante pequeñas partículas rojas prácticamente inapreciables; también aparecen pigmentos pardo y negro de granulometría mayor. Aparecen, finalmente, partículas translúcidas blancas de mayor tamaño que corresponden a grandes cristales de yeso.

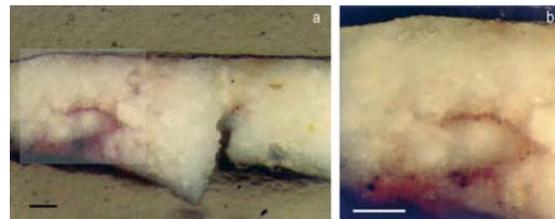


Fig. 11. Sección de muestras incluidas en resina (MO). Epi-iluminación (barra 100µm). Escritorio de la Constitución, estuco blanco rosado. a) Imagen general. b) Detalle ampliado de la zona señalada en la anterior. Se aprecia muy poca cantidad de pigmentos –ocres y rojos– repartidos de forma irregular.

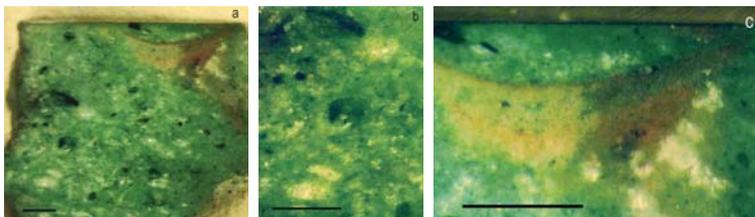


Fig. 12. Sección de muestras incluidas en resina (MO). Epi-iluminación (barra 200µm). Escritorio de la Constitución, estuco verde. a) Imagen general. b) y c) Detalles ampliados de la primera. El color se ha formado por partículas de pigmento verde, esta vez de tamaño irregular, mezclado con partículas negras y ocres amarillentas.

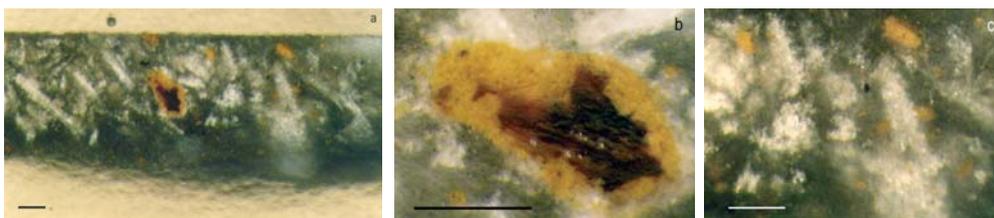


Fig. 13. Sección de muestras incluidas en resina (MO). Epi-iluminación (barra 100µm). Escritorio del Reloj, estuco gris verdoso (veta gris oscuro). a) Imagen general. b) y c) Detalles ampliados de la primera. El pigmento negro aparece íntimamente ligado con la matriz de yeso; se aprecian, no obstante grandes cristales –en su mayoría aciculares– de yeso. También hay una apreciable cantidad de pigmento ocre amarillo.

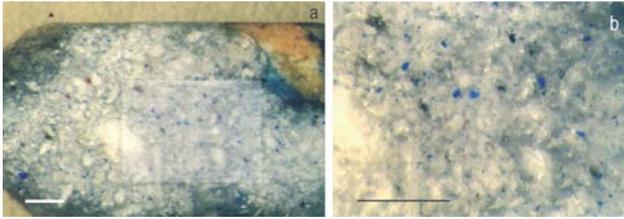


Fig. 14. Sección de muestras incluidas en resina (MO). Epi-iluminación (barra 200µm). Escritorio del Reloj, estuco azul grisáceo. a) Imagen general. b) Detalle ampliado de la zona señalada en la primera. Se aprecian pequeñas partículas azules y negras repartidas en general de forma homogénea en el mortero. En la zona superior derecha aparece una masa formada por ocre y azul correspondiente a una veta del mármol que imita.

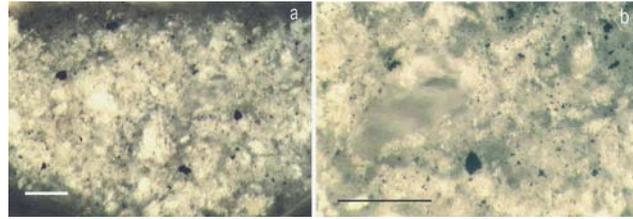


Fig. 15. Sección de muestras incluidas en resina (MO). Epi-iluminación (barra 200µm). Escritorio de Conferencias de Prensa, estuco gris (veta tono medio). Pigmento negro finamente distribuido en el yeso, que presenta, a su vez, cristales desiguales.

Las imágenes en MEB de las secciones permiten, por su parte, apreciar unas características generales comunes, algunas ya vistas en fractura: importante compactación en la estructura interna del mortero con presencia de abundantes poros y una granulometría en general pequeña y muy homogénea, acompañada de maclas y partículas de mayor tamaño. Las densidades electrónicas asimismo son bastante similares, como consecuencia de la presencia mayoritaria en las masas de yeso finamente molido y de bastante pureza (Fig. 16a). Únicamente se han detectado trazas de partículas compuestas por oxígeno (O), azufre (S) y bario (Ba) (Fig. 16b), junto con otras constituidas por oxígeno (O) azufre (S) y estroncio (Sr) (Fig. 16c); su densidad electrónica es muy elevada, todo ello indica que probablemente se trate de sulfato de bario y sulfato de estroncio respectivamente, ambos productos asociados al yeso natural. Asimismo, es común la presencia de partículas a base de calcio (Ca) (probable carbonato cálcico) (Fig. 16d), material asociado también al producto natural; no obstante su cantidad aumenta considerablemente en las muestras de tonalidades más claras, ya que en estos casos el carbonato cálcico (calcita) puede haberse incorporado como pigmento blanco. Indicar que estos productos se han localizado de forma constante en todas las muestras estudiadas.

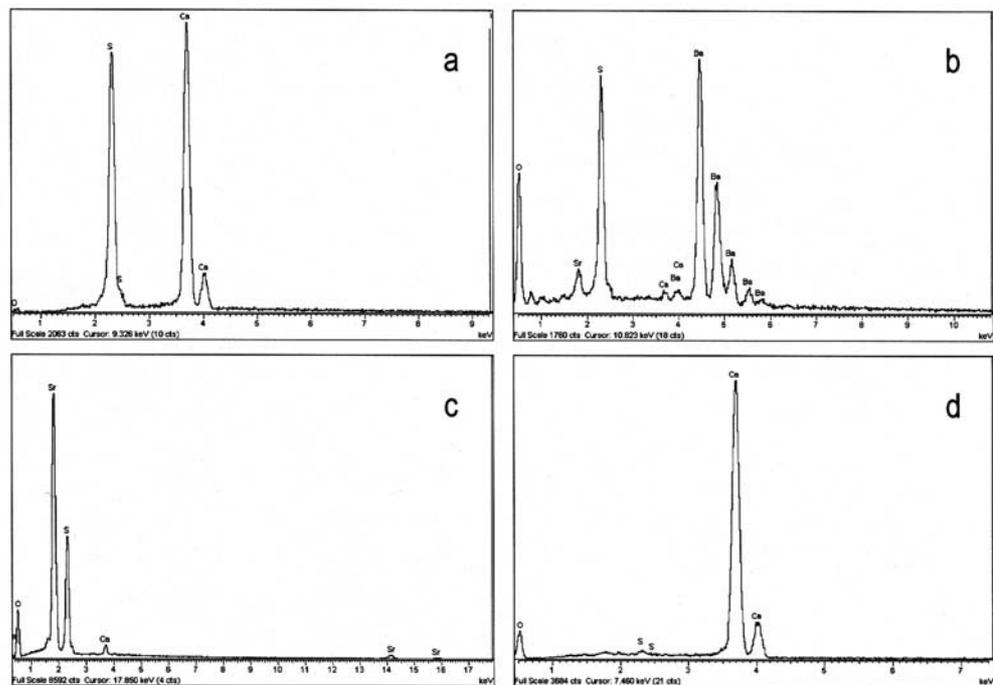


Fig. 16. Microanálisis (MEB-DEX) representativos de los elementos comunes en los morteros: a) Yeso. b) Sulfato de bario. c) Sulfato de estroncio. d) Calcita.

Por su parte, los pigmentos empleados son muy variados; en general, son de origen mineral, tierras naturales de diferentes colores. Destacar únicamente la existencia de negro orgánico, cuya presencia es abundante en los estucos grises y blanquecinos (Fig. 17). A partir de numerosos microanálisis cualitativos y semicuantitativos mediante DEX se han localizado aluminosilicatos magnésicos con un contenido variable en hierro; corresponden a zonas verdes coloreadas, probablemente realizadas a base de tierra verde (micas ferromagnéticas) (Fig. 18a). Igualmente son abundantes las tierras amarillas, ocre, pardas y rojizas (Figs. 18b, 18c), junto con óxidos e hidróxidos de hierro rojo de gran pureza (Fig. 18d). En todo caso, el análisis cualitativo en DEX hace imposible determinar con exactitud la naturaleza precisa de cada uno de estos pigmentos de composición compleja. Las imágenes de algunas de estas partículas se muestran en las siguientes figuras (Figs. 19, 20, 21, 22, 23 y 24).

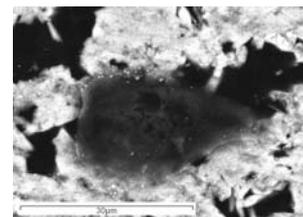


Fig. 17. Escritorio del Reloj. Estuco verde del zócalo inferior. Imagen con MEB (electrones retrodispersados). Partícula de negro orgánico.

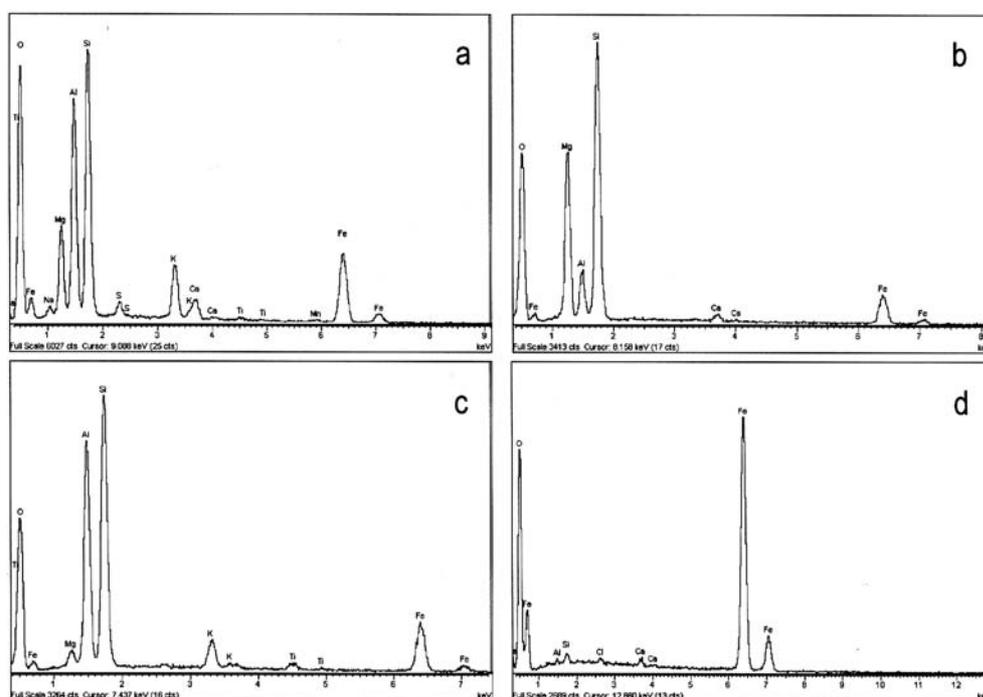
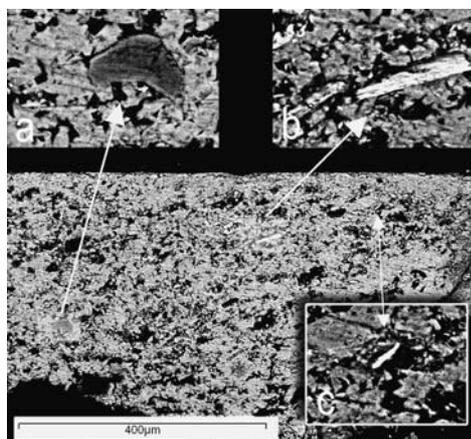
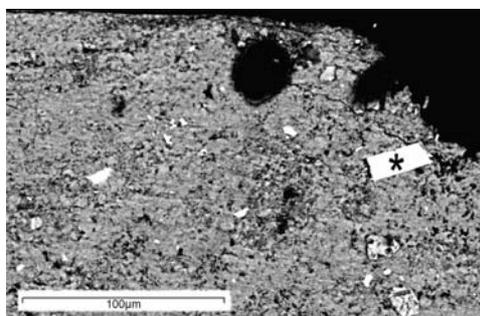


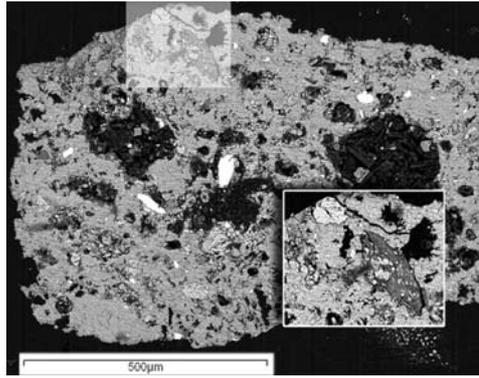
Fig. 18. Microanálisis (MEB-DEX): a) Mica ferromagnética. b) y c) Aluminosilicatos de hierro. d) Oxido/hidróxido de hierro.



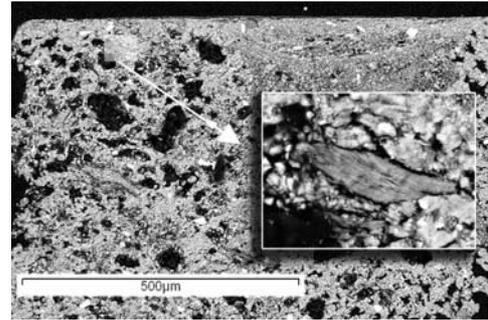
Izquierda. Fig. 19. Escritorio de Conferencias de Prensa. Estuco gris en entrepaño. Imagen general de la muestra con MEB (electrones retrodispersados). (*) Partícula de sulfato de bario.

Derecha. Fig. 20. Escritorio de Conferencias de Prensa. Estuco verde en entrepaño. Imagen general de la muestra con MEB (electrones retrodispersados). a) Calcita; b) Tierra natural verde; c) Partícula de sulfato de estroncio.

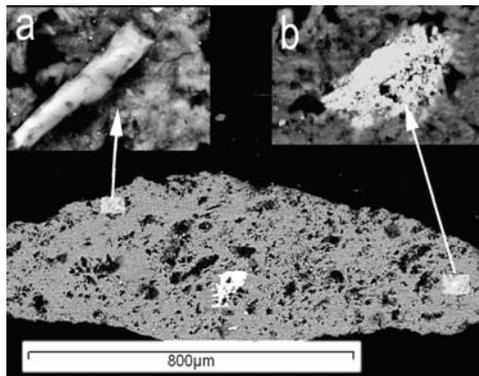
Izquierda. Fig. 21. Escritorio de Lectura de Prensa. Estuco rojo. Imagen general de la muestra con MEB (electrones retrodispersados). Detalle: calcita (partícula más clara ángulo superior izquierdo) y tierra natural roja (partícula alargada con menor densidad electrónica).



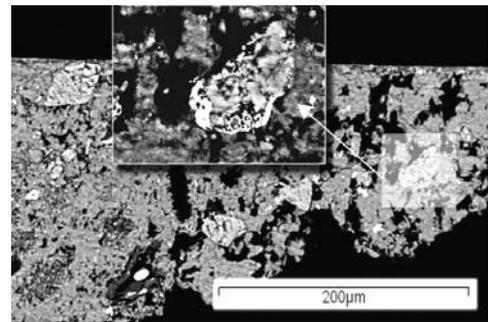
Derecha. Fig. 22. Escritorio de la Constitución. Estuco verde oscuro. Imagen general de la muestra con MEB (electrones retrodispersados). Detalle: tierra natural (mica ferro-magnésica).



Izquierda. Fig. 23. Escritorio de Conferencias de Prensa. Estuco rojo y amarillo. Imagen general de la muestra con MEB (electrones retrodispersados). a) tierra natural; b) Oxido/hidróxido de hierro.



Derecha. Fig. 24. Escritorio del Reloj. Estuco ocre amarillo. Imagen general de la muestra con MEB (electrones retrodispersados). Detalle: Oxido/hidróxido de hierro.

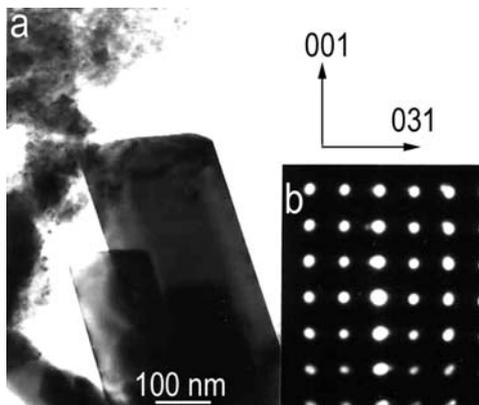


A partir de este primer estudio con MO y MEB, de los que se acaban de exponer algunos ejemplos representativos, se apreciaron las grandes posibilidades que la MET supone en el estudio de este tipo de materiales. Efectivamente, los pigmentos encontrados son muy habituales en obras artísticas murales por sus adecuadas características (destacar su gran estabilidad), si bien se trata de compuestos de una notable complejidad, lo que, sin duda, dificulta su identificación.

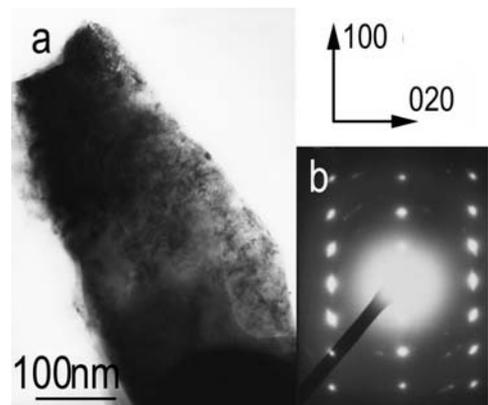
Se está realizando un minucioso examen de todas y cada una de las micromuestras en MET. El análisis ha sido puntual en cuanto a la identificación elemental de las partículas (los microanálisis por DEX no se muestran), así como en lo relativo a su caracterización cristalina a partir de la difracción de electrones. A continuación se exponen algunos de los resultados más representativos que hasta ahora se han logrado.

En primer lugar, se ha confirmado la presencia yeso dihidrato con impurezas de sulfato de estroncio y carbonato cálcico. Las figuras 25a, 26a y 27a muestran las imágenes de los cristales, que han quedado completamente identificados gracias al estudio de su estructura cristalina mediante difracción de electrones.

Izquierda. Fig. 25. Escritorio de Conferencias de Prensa. Estuco gris. MET. (a) Imagen de un cristal de sulfato cálcico. (b) Difracción de electrones. Eje de zona [1 0 0].



Derecha. Fig. 26. Escritorio de Conferencias de Prensa. Estuco gris. MET. (a) Imagen de un cristal de sulfato de estroncio. (b) Difracción de electrones. Eje de zona [0 0 1].



Para proceder a la interpretación de los datos obtenidos a partir de las difracciones de electrones resultantes (asignación de los índices de difracción), se ha partido de los parámetros y distancias reticulares de los cristales obtenidos de las fichas del Joint Committee for Powder Diffraction Studies (JCPDS) y que se recogen en la Tabla 1. Los datos de la difracción de electrones y de la asignación de los índices de los cristales se muestran en las Tablas 2, 3 y 4. Estos datos han permitido comprobar la identidad de las partículas: yeso dihidrato ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (Figura 25b), celestina (SrSO_4) (Fig. 26b) y calcita (CaCO_3) (Fig. 27b).

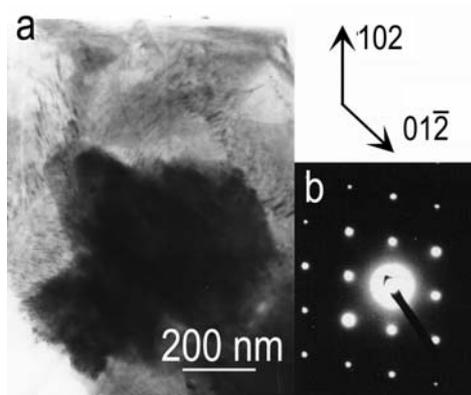


Fig. 27. Escritorio de Conferencias de Prensa. Estuco gris. MET. (a) Imagen de un cristal de carbonato cálcico. (b) Difracción de electrones. Eje de zona $[-2\ 2\ 1]$.

Mineral	Sistema cristalino	Parámetros de red					
		<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>	α	β	γ
Yeso	Monoclinico	6.29	15.2	5.68	90	114	90
Sulfato de estroncio	Monoclinico	6.91	7.15	6.61	90	102	90
Calcita	Hexagonal	4.98	4.98	17	90	90	120

Tabla 1. Parámetros de red de yeso, sulfato de estroncio y carbonato cálcico.

hkl	R	$d_{\text{OBSERVADA}}$	d_{JCPDS}	ANGULO (θ)	$\theta_{\text{OBSERVADO}}$	θ_{JCPDS}
001	3.75	5.20	5.17	$001 \wedge 030$	90	90
030	3.80	5.12	5.09	$001 \wedge 031$	46	45.6
031	5.25	3.70	3.63	$030 \wedge 031$	44	44.5

Tabla 2. Difracción de electrones de yeso. Asignación de índices.

hkl	R	$d_{\text{OBSERVADA}}$	d_{JCPDS}	ANGULO (θ)	$\theta_{\text{OBSERVADO}}$	θ_{JCPDS}
020	5.75	3.48	3.58	$020 \wedge 100$	90	90
100	3.0	6.66	5.74	$020 \wedge 120$	28	27.98
120	6.37	3.14	3.16	$100 \wedge 120$	62	62.02

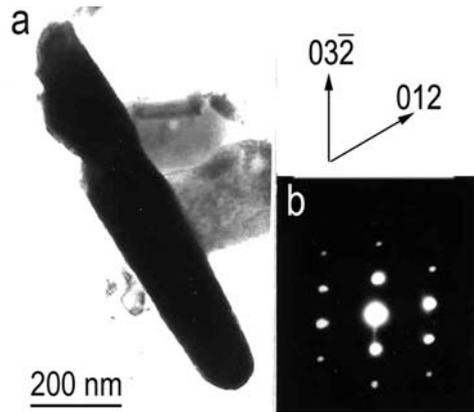
Tabla 3. Difracción de electrones de sulfato de estroncio. Asignación de índices.

hkl	R	$d_{\text{OBSERVADA}}$	d_{JCPDS}	ANGULO (θ)	$\theta_{\text{OBSERVADO}}$	θ_{JCPDS}
102	7.00	3.77	3.84	$102 \wedge 01-2$	77	78.8
01-2	7.00	3.77	3.84	$102 \wedge 110$	38.5	39.4
110	11.0	2.40	2.49	$01-2 \wedge 110$	38.5	39.4

Tabla 4. Difracción de electrones de calcita. Asignación de índices.

Como ya se ha indicado, los pigmentos mayoritariamente encontrados son tierras naturales verdes, rojas, ocre y amarillas. A continuación se muestran algunos ejemplos. Se ha confirmado la presencia de tierra natural amarilla, roja y verde; en concreto se presenta la identificación de limonita (óxido hidratado de hierro), hematites (óxido de hierro) y glauconita (mica ferromagnésica), integrantes respectivamente de cada una de ellas. Las figuras 28a, 29a y 30a muestran imágenes de cristales individuales de estos minerales.

Izquierda. Fig. 28. Escritorio del Reloj. Estuco ocre amarillo. MET. (a) Imagen de un cristal de limonita ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$). (b) Difracción de electrones. Eje de zona $[1\ 1\ 0]$.



Derecha. Fig. 29. Escritorio de Conferencias de Prensa. Estuco rojo y amarillo. MET. (a) Imagen de un cristal de hematites (Fe_2O_3). (b) Difracción de electrones. Eje de zona $[1\ -1\ 0]$.

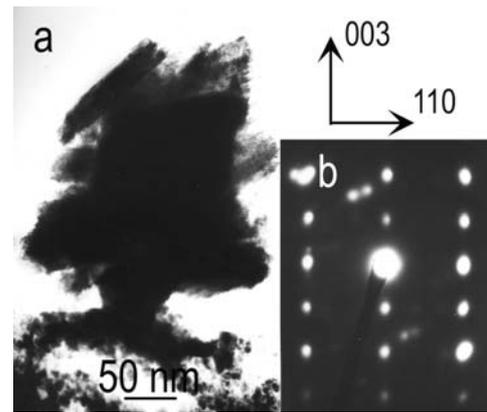
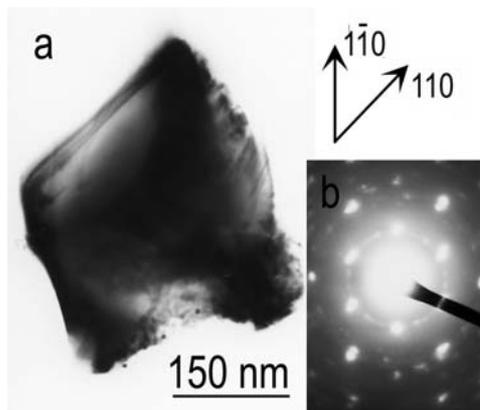


Fig. 30. Escritorio de la Constitución. Estuco verde. MET. (a) Imagen de un cristal de glauconita. (b) Difracción de electrones. Eje de zona $[0\ 0\ 1]$.



La caracterización completa de estas partículas ha sido posible nuevamente gracias al estudio de su estructura cristalina mediante la difracción de electrones. Los parámetros de red de estos cristales aparecen en la Tabla 5. Finalmente, los datos de la difracción de electrones y la asignación de índices de cada uno de ellos se muestran en las Tablas 6, 7 y 8. Con todos estos datos se ha identificado la naturaleza de las partículas: limonita ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (Fig. 28b), hematites (Fe_2O_3) (Fig. 29b) y glauconita (Fig. 30b).

Mineral	Sistema cristalino	Parámetros de red					
		<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>	α	β	γ
Limonita	Hexagonal	11.79	11.79	9.90	90	90	120
Hematite	Hexagonal	5.04	5.04	13.74	90	90	120
Glauconita	Monoclínico	5.23	9.07	10.16	90	100	90

Tabla 5. Parámetros de red de limonita, hematites y glauconita.

<i>hkl</i>	<i>R</i>	$d_{\text{OBSERVADA}}$	d_{JCPDS}	ANGULO (ϑ)	$\vartheta_{\text{OBSERVADO}}$	ϑ_{JCPDS}
03-2	7.25	2.82	2.80	03-2?012	100	98.7
012	4.75	4.41	4.44	03-2?040	35	34.5
040	7.75	2.75	2.79	012?040	65	64.2

Tabla 6. Difracción de electrones de limonita. Asignación de índices.

<i>hkl</i>	<i>R</i>	$d_{\text{OBSERVADA}}$	d_{JCPDS}	ANGULO (ϑ)	$\vartheta_{\text{OBSERVADO}}$	ϑ_{JCPDS}
110	8.0	2.5	2.52	110?003	90	90
003	4.5	4.44	4.36	110?113	29	28.8
113	9.0	2.22	2.21	003?113	61	61.2

Tabla 7. Difracción de electrones de hematites. Asignación de índices.

<i>hkl</i>	<i>R</i>	$d_{\text{OBSERVADA}}$	d_{JCPDS}	ANGULO (ϑ)	$\vartheta_{\text{OBSERVADO}}$	ϑ_{JCPDS}
1-10	4.5	4.44	4.54	1-10?020	61	60.5
020	4.37	4.57	4.60	1-10?110	59	59.1
110	4.5	4.44	4.54	020?110	120	119.6

Tabla 8. Difracción de electrones de glauconita. Asignación de índices.

Conclusiones

El estudio e identificación de los materiales empleados en el conjunto artístico de estucos-mármol del Palacio del Congreso de los Diputados de Madrid, dada su gran importancia y calidad, contribuye a completar la documentación técnico-documental del resto de las obras artísticas con las que cuenta el Palacio.

Las técnicas utilizadas han permitido la caracterización de estos estucos, de los cuales en el presente trabajo únicamente se recogen algunos ejemplos.

La posibilidad de identificar, mediante la difracción de electrones, la estructura cristalina de los materiales que constituyen los morteros y poder así llevar a cabo su completa identificación es una de las aportaciones a destacar que la MET incorpora al estudio técnico de cualquier material artístico. Con esta técnica se han caracterizado ya una gran mayoría de los pigmentos y cargas de los mismos; en concreto, ahora se han mostrado las siguientes: limonita, hematites, glauconita; además, se ha confirmado que todos los morteros están constituidos por un yeso dihidrato de gran pureza, únicamente con pequeñas impurezas de sulfato de estroncio, barita y calcita (ésta última también empleada como pigmento blanco en algunos de los estucos).

Agradecimientos

Este trabajo ha sido realizado gracias a la financiación del Ministerio de Ciencia y Tecnología, dentro del Plan Nacional de Proyectos de Investigación Científica y Desarrollo Tecnológico (I+D) (Ref.: BHA2002-01005). Los autores también desean expresar su agradecimiento a Dña. M^a Teresa de Castro, responsable de los bienes patrimoniales del Congreso de los Diputados, por el interés y la confianza con los que acogió este proyecto y por su asesoramiento durante el desarrollo del mismo.

Bibliografía

- Báez, M.I.; Baldonado, J.L.; Rodríguez, *et al.* (2005): "Scientific-documentary study of the marbled stucco from the Palacio del Congreso de Los Diputados (Madrid): a multi-disciplinary research model and its applications to teaching". En *Teoría e práctica del construir: saperi, strumenti, modelli* (pp.89-98). Ravena. Fondazione Flaminia, Università di Bologna.
- Barba, C.; San Andrés, M.; Peinado, J. *et al.* (1995): "A note on the characterization of pictorial layers by transmission electron microscopy". *Studies in Conservation*. (40). 194-200.
- Beard, G. (1983): *Stucco and decorative plasterwork in Europe*. London. Thames and Hudson.
- Eastaugh, N.; Walsh, V.; Chaplin, T. *et al.* (2004): *The Pigment Compendium. A Dictionary of Historical Pigments*. Oxford. ELSEVIER.
- Eastaugh, N.; Walsh, V.; Chaplin, T.; *et al.* (2004): *The Pigment Compendium. Optical Microscopy of Historical Pigments*. Oxford. ELSEVIER.
- Gárate Rojas, I. (1999): *Artes de los yesos*. Madrid. Munilla-Leria.
- Lade, K. y Winkler, A. (1960): *Yesería y estucos*. Barcelona. G. Gili.
- Pasqual Díez, R. (1988): *El arte de hacer el estuco jaspeado*. Valladolid. Colegio Oficial de Arquitectos (ed. facs.). (orig. 1785).
- San Andrés, M.; Báez, M.I. y Baldonado, J.L. (2001): "Contribución de la difracción de electrones a la identificación de pigmentos artísticos en estrato pictórico". *Pátina* (10, 11), Escuela Superior de Conservación y Restauración de Bienes Culturales. 308-317.
- San Andrés, M.; Báez, M.I.; Baldonado, J.L. *et al.* (1997): "Transmission electron Microscopy applied to the study of works of art. Sample preparation methodology and possibility of technique". *Journal of Microscopy* 188 (1). 42-50.

- San Andrés, M.; Conejo, O.; Báez, M.I. *et al.* (2000): "SEM and TEM contributions to analysis of the materials used by old masters". En CNRS (Ed.), *Art&Chimie. La Couleur. International Congress on contribution of chemistry to the works of art* (pp. 115-118). París. CNRS.
- Turco, T. (1990): *Il Gesso. Lavorazione, trasformazione Impleghi*. Milano. Hoepli.
- Villanueva, J. (1984): *Arte de albañilería*. Madrid. Editora Nacional (ed. facs.) (orig. 1827).