

# TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN PETROLÓGICAS: PROPIEDADES PETROFÍSICAS Y TÉCNICAS NO DESTRUCTIVAS (TND/NDT)

Dra. Mónica Álvarez de Buergo Ballester

Instituto de Geociencias (CSIC-UCM), Dpto. de Geomateriales, Laboratorio de Petrofísica.

C/José Antonio Nováis 2, 28040 Madrid

monica.alvarez@csic.es, alvarezm@geo.ucm.es

## 1. Introducción

En este trabajo se abordan algunas de las principales propiedades petrofísicas y técnicas no destructivas que se utilizan actualmente para la conservación de los geomateriales en el patrimonio. Con el fin de que sea un documento lo más práctico posible, no se especifican los fundamentos básicos de las técnicas y de los ensayos que se exponen, sino su aplicación en conservación y algunos casos prácticos en los que se han utilizado.

## 2. El Laboratorio de Petrofísica del Instituto de Geociencias (CSIC-UCM)

El Laboratorio de Petrofísica tiene implantado un sistema de gestión de calidad bajo la norma UNE-EN-ISO 9001:2008 (certificado ANEOR ref. ES-0346/2010). Está integrado en la Red de Laboratorios de la Comunidad de Madrid (RedLab nº 217), caracterizándose por ser uno de los pocos que realiza ensayos en materiales pétreos y el único con una perspectiva focalizada hacia la conservación del patrimonio construido.

El Laboratorio de Petrofísica tiene una experiencia avalada durante más de 20 años de trabajo, y está coordinado por el grupo de investigación *Petrología Aplicada a la Conservación del Patrimonio* del Instituto de Geociencias IGEO (CSIC-UCM). Uno de sus valores añadidos lo constituye precisamente su perfil tanto técnico como científico.

## 3. Determinación de propiedades petrofísicas y técnicas no destructivas

En este apartado se exponen algunas de las principales propiedades petrofísicas de los materiales pétreos -naturales y artificiales- que se determinan y que, en general, sirven para:

- La caracterización de los geomateriales: antes de intervenir en materiales patrimoniales, es fundamental saber qué tipo de material es y sus principales propiedades.

- Grado de deterioro: se estima por comparación del material sano o más inalterado con el más alterado, con objeto de estimar la evolución que ha sufrido.
- Procesos de deterioro: la caracterización y el grado de deterioro observado, junto con otras observaciones, ayudan a determinar cuáles han sido las causas y los agentes que han conducido al material al estado en el que se encuentra. Es una fase fundamental para poder intervenir correctamente en el patrimonio.
- Evaluación de técnicas de conservación: las propiedades petrofísicas de un material van a permitir determinar la idoneidad y eficacia de algunas técnicas de conservación, como son la limpieza, la aplicación de productos hidrofugantes y consolidantes, operaciones de sustitución de elementos deteriorados por otros de similares características y que sean compatibles, la evaluación de la durabilidad en el tiempo de los materiales, o de los materiales sobre los que se aplican tratamientos de conservación, la idoneidad de nuevos materiales a utilizar en una restauración (piedra artificial, morteros de restauración, etc.), y la compatibilidad de los nuevos materiales con los originales.

Al trabajar con geomateriales del patrimonio, lo más adecuado es que se utilicen técnicas no destructivas (TND/NDT), que permitan obtener la máxima información posible de los materiales sin toma de muestra, y sin alterar para nada la superficie del material sobre el que se realizan las medidas. Más aún, se busca que estas técnicas sean portátiles, para poder desplazarlas al elemento patrimonial a analizar. Algunas de estas técnicas no llegan a ser no destructivas, ya que requieren una mínima cantidad de muestra, por lo que se denominan técnicas mínimamente destructivas (TMD/MDT).

Sin embargo, es importante recalcar que en algunos casos de determinaciones de propiedades, es necesaria la toma de muestras para su ensayo en laboratorio, por lo cual en cada caso debe valorarse la conveniencia o no de la toma de muestras en función de la información que se quiera obtener. A continuación se exponen diversas propiedades petrofísicas que se suelen determinar, algunas de ellas son superficiales y otras atañen también al interior del material. Resaltar que ciertas propiedades no se tratan en este trabajo por ser abordadas más en profundidad por otros autores de este volumen.

### 3.a. Color

En un pasado no demasiado lejano esta característica física de los materiales se definía subjetivamente, según la persona. Más tarde surgieron las cartas de color, que, en menor medida, también estaban sujetas a la subjetividad del individuo. Es por ello que la mejor manera de definir las propiedades cromáticas son los espectrofotómetros actuales, que proporcionan valores absolutos y objetivos, y además es una técnica no destructiva y portátil.

La escala CieLab, de la Commission International de l'Éclairage, es una de las más utilizadas en conservación de geomateriales, aunque existen otras. En ella se definen una serie de parámetros como son la Luminosidad o value ( $L^*$ ), las coordenadas cromáticas  $a^*$  y  $b^*$ , que representan la escala cromática del rojo al verde y la escala cromática del azul al amarillo respectivamente, o la Croma ( $C^*$ ). El cambio global de color ( $\Delta E^*$ ) es un parámetro muy útil que resulta muy apropiado para establecer comparaciones, y que se calcula según la siguiente fórmula:  $\Delta E^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$ . Existen otros parámetros que se pueden determinar, como el Índice de blanco (IB) e índice de amarillo (IA), definidos según normativa ASTM (American Society for Testing Materials).

Las medidas de color se llevan a cabo para caracterizar el material, determinar el cambio de color que sufren los materiales al deteriorarse (bien de forma natural o por ensayos de durabilidad), evaluar diferentes sistemas de limpieza e intentar aproximar la superficie que se limpia a un patrón de referencia predeterminado (como por ejemplo el color natural del material, o el color del material lavado por el agua de lluvia), para determinar el nivel de cambio que experimenta un material cuando se aplica sobre él algún producto de conservación, y, por último, para establecer el nivel de idoneidad y compatibilidad entre el color de materiales originales y materiales de sustitución o materiales nuevos de reparación.

### 3.b. Rugosidad superficial

La rugosidad de los materiales es una propiedad física de superficie más importante de lo que pudiera parecer en un principio. Condiciona el color de un material, el contacto con el agua, la mayor o menor retención de partículas en su superficie, y en definitiva, su relación con el medioambiente externo. Existen multitud de técnicas para medir la rugosidad, con medidas a diferentes escalas (macro, micro y nano), pero nos centraremos en dos de ellas.

Por un lado, los perfilómetros de contacto, que son bastante precisos pero requieren muestra. Por otro, los perfilómetros ópticos, que no requieren contacto, y que recientemente son capaces de ofrecer imágenes 2D y 3D, además de ser técnicas no destructivas y portátiles.

Según la normativa DIN EN ISO, se pueden determinar los parámetros de rugosidad  $R_a$ ,  $R_q$  y  $R_z$ .  $R_a$  es la media aritmética de los valores absolutos de las desviaciones del perfil de la línea media.  $R_q$  representa la raíz cuadrada de la desviación del perfil, también conocida como RMS (Root Mean Square Roughness), es decir, la raíz cuadrada de la media de la rugosidad.  $R_z$  es la suma de las distancias verticales entre los cinco picos más altos y los cinco picos más profundos dentro de la longitud de la muestra, y es de los 3 parámetros, el más utilizado en conservación de geomateriales.

La medida de la rugosidad se utiliza, además de para la caracterización de los materiales, para evaluar métodos de limpieza, teniendo en cuenta que no es aconsejable variar demasiado la rugosidad inicial del material, pero mucho menos incrementarla, ya que supondría mayor superficie específica expuesta y más posibilidades de alteración, y mayor retención de humedad y de partículas. Igualmente, se utiliza para evaluar cómo afecta a la superficie el deterioro (natural o provocado), o la aplicación de productos de conservación, y, por último, y de forma novedosa, para identificar marcas de escultor.

### 3.c. Densidades aparente y real, porosidad accesible al agua y compacidad

Al igual que ocurre con otras propiedades, éstas pueden determinarse mediante diferentes métodos y técnicas. Sin embargo, todos tienen en común que necesitan muestras, no es que sean técnicas destructivas, porque el material permanece inalterado tras la determinación de las propiedades, pero sí requiere cierta cantidad de material. Estas propiedades físico-hídricas pueden determinarse mediante las indicaciones de las recomendaciones RILEM (Reunión Internacional de Laboratorios de Ensayo de Materiales).

Mediante el ensayo de saturación o de la balanza hidrostática, se obtiene, por medio de la relación entre el peso en seco de las muestras ( $m_d$ ), el peso de las muestras sumergidas en agua ( $m_h$ ) y el peso saturado ( $m_s$ , extrayendo el aire de los poros del material e introduciendo agua), las densidades real y aparente ( $d_r$  y  $d_a$ ), la porosidad abierta o accesible al agua ( $P_0$ ) y la saturación accesible al agua en condiciones de vacío ( $S$ , máxima cantidad de agua que un material es capaz de absorber habiendo extraído el aire del interior de sus poros previamente).

Igualmente, se calcula el índice o grado de compacidad del material (C) mediante el cociente entre la densidad aparente y la real.

$$\text{Saturación: } S = \frac{m_s - m_d}{m_d} \times 100$$

$$\text{Porosidad abierta o accesible al agua: } P_0 = \frac{m_s - m_d}{m_s - m_h} \times 100$$

$$\text{Densidad real: } d_a = \frac{m_d}{m_s - m_h} \times 100$$

$$\text{Densidad aparente: } d_r = \frac{m_d}{m_d - m_h} \times 100$$

$$\text{Compacidad: } C = \frac{d_a}{d_r}$$

Estos parámetros son muy útiles, aparte de la propia caracterización de los materiales, para evaluar el grado de deterioro o de durabilidad de los materiales: a igualdad de condiciones entre dos materiales, cuánta más alta sea la porosidad abierta o accesible al agua -y menor su compacidad- más alterable será, ya que el agua es prácticamente el agente universal de deterioro y está presente o influye en la mayoría de los procesos de deterioro. Cuando los materiales se someten a ensayos de durabilidad, se suelen medir estos parámetros antes y después del envejecimiento, al igual que cuando se ensayan productos de conservación: al aplicar hidrofugantes y consolidantes, la porosidad accesible al agua debe reducirse, en el primer caso por el efecto de hidrorrepelencia, y en el segundo, porque los consolidantes deben reducir la porosidad al rellenar poros.

### 3.d. Porosidad accesible al mercurio, distribución del tamaño de poros y tortuosidad

Estos parámetros pueden obtenerse mediante la técnica de porosimetría por intrusión de mercurio, técnica destructiva que requiere de una pequeña cantidad de muestra, que posteriormente no puede utilizarse por estar impregnada de mercurio. Permite conocer la porosidad total accesible al mercurio, que abarca un rango de tamaño de poros menor que el determinado con la porosidad accesible al agua. Igualmente, posibilita conocer la distribución porosimétrica, la macroporosidad y la microporosidad (el umbral se fija en unos pocos micrómetros, según diferentes autores).

La importancia de determinar la macroporosidad y microporosidad se basa fundamentalmente en el hecho de que, a igualdad de condiciones, la microporosidad suele favorecer más la alteración de los materiales que la macroporosidad, principalmente porque a menor tamaño de poro, mayores son las presiones de cristalización.

Los parámetros que se obtienen sirven para caracterizar el material, para evaluar el grado de deterioro por procesos de alteración naturales o artificiales (durabilidad), y, como en los casos anteriores, para evaluar la eficacia y durabilidad de la aplicación de productos de conservación y el uso de nuevos materiales.

### 3.e. Propiedades hídricas

El comportamiento de los materiales frente al agua, en sus diversos estados, es fundamental, ya que, como se ha indicado anteriormente, el agua está presente en la mayoría de los procesos de deterioro. Para determinar estas propiedades hídricas, los métodos son variados, y la mayoría, están estandarizados. Algunos de los que más frecuente se realizan son los siguientes ensayos:

- Absorción capilar de agua
- Absorción por inmersión
- Absorción a presión atmosférica (tubo o pipeta de Karsten)
- Absorción de agua al vacío (saturación de agua al vacío)
- Absorción de una gota de agua
- Ángulo de contacto agua/material
- Permeabilidad al vapor de agua
- Dilatación hídrica

Todos requieren de muestra, a excepción de la absorción de agua a presión atmosférica o pipeta de Karsten, que es un método no destructivo y que se puede realizar *in situ*. Todas estas propiedades sirven para determinar el grado de deterioro de los materiales, su durabilidad en el tiempo, y, sobre todo, la eficacia cuando se aplican productos de conservación, sobre todo los hidrofugantes, ya que su principal papel es el de reducir al máximo la entrada de agua en estado líquido, sin reducir la permeabilidad al vapor de agua. Poniendo como ejemplo un edificio patrimonial, será más indicado realizar uno u otro ensayo en función de la localización del material en el inmueble (disposición vertical u horizontal, parte baja o alta del edificio, muro que necesite permeabilidad al vapor de agua, zona sometida a lluvia batiente, etc.).

### 3.f. Velocidad de propagación de ondas de ultrasonidos y anisotropía

La medida de este parámetro se efectúa con equipos portátiles y constituye una técnica no destructiva. Básicamente consiste en medir el tiempo que tarda una onda de ultrasonidos en llegar desde un receptor a un emisor, y conocida la distancia recorrida, se calcula la velocidad. La velocidad disminuye en materiales deteriorados (fundamentalmente por la presencia de poros y fisuras), con lo cual constituye una técnica muy apropiada para medir el deterioro y para evaluar la eficacia de productos consolidantes.

Se pueden realizar tres tipos de medida: directas, cuando los transductores se colocan en planos paralelos y opuestos (por ejemplo en lados opuestos de una columna), semidirectas o en esquina (medidas en planos perpendiculares), e indirectas o en superficie (transductores colocados en el mismo plano). Esta técnica se suele utilizar con frecuencia para determinar el índice de calidad de los materiales (existe una correspondencia entre la velocidad y la resistencia a compresión del material), la localización de discontinuidades en el interior de los materiales, así como de elementos extraños, y el espesor de revestimientos o de cortezas de alteración.

También es interesante conocer la anisotropía de los materiales (cómo varía una propiedad, en este caso la velocidad de propagación de los ultrasonidos, en función de la dirección espacial en la que se mide). La determinación de la anisotropía es importante para determinar la colocación de nuevos elementos pétreos de sustitución (en una dirección o en otra), así como en la realización de cualquier ensayo de determinación de propiedades petrofísicas en las que se requiera de probetas, ya que está probado que según cómo se oriente la colocación de una probeta de material anisótropo (como son la mayoría de los materiales pétreos), el valor que se obtenga puede variar.

### 3.g. Detección de metales en el interior de estructuras

Los equipos de magnetometría o magnetómetros, permiten la detección de elementos metálicos en el interior de estructuras. Se trata de una técnica no destructiva y portátil, que se utiliza para detectar grapas ocultas, varillas de anclaje, y cualquier otro tipo de elemento metálico que solían utilizarse para unir y anclar elementos pétreos, y que en muchas ocasiones están sujetos al riesgo de deterioro por entrada de agua (básicamente los anclajes antiguos, de hierro).

### 3.h. Dureza superficial

La dureza es una propiedad físico-mecánica de la superficie de los materiales. Puede medirse con diferentes métodos, entre ellos destacaremos dos: los microdurímetros de laboratorio, que miden, bien la dureza Vickers o la dureza Knoop de los materiales. El primero emplea un diamante con forma de pirámide cuadrangular que penetra en el material, midiendo la cruceta de la huella. El segundo calcula la profundidad de señales grabadas o marcas sobre la superficie de un material mediante una punta de diamante con una fuerza determinada. Ambos son técnicas mínimamente destructivas.

Una técnica portátil y no destructiva (aunque se genera un impacto en la superficie del material que pudiera causar microfisuración), es la medida de la dureza mediante esclerometría, en la cual lo que se mide es la energía de rebote al generar un impacto sobre la superficie. Tradicionalmente se utiliza el martillo Schmidt, y últimamente existen durómetros portátiles más livianos (tipo Equotip).

Esta técnica se utiliza para determinar el grado de deterioro de los materiales, para seleccionar materiales de sustitución, para evaluar la eficacia de productos consolidantes, y en algunos casos, en conjunción con la técnica de la velocidad de ultrasonidos, ha sido posible datar la época de construcción de algunas estructuras patrimoniales.

### 3.i. Resistencia a la perforación

La resistencia de los materiales a ser perforados se está convirtiendo en una propiedad que es capaz de aportar muchos datos de dureza y compacidad de los materiales. A esto ha ayudado la técnica de Drilling Resistance Measurement System (DRMS), un equipo de perforación portátil mediante el cual se realiza un taladro muy fino en el material (técnica mínimamente destructiva) que resulta muy útil para medir el perfil de cohesión de un material, la eficacia del comportamiento de un consolidante pétreo o la resistencia a compresión de morteros y piedras, considerando el factor profundidad.

Hay que recalcar que la técnica debe considerar variables como la velocidad de rotación, el tiempo, la profundidad, la fuerza empleada, la tasa de perforación, el diámetro, etc., para su correcta interpretación. Existe un portal en Internet que ofrece toda la información existente sobre esta nueva técnica <http://www.icvbc.cnr.it/drilling/index.htm>



### 3.j. Ensayos de durabilidad o de envejecimiento artificial acelerado

Estos ensayos se realizan en cámaras de envejecimiento o climáticas, en las que se seleccionan uno o varios agentes de deterioro y se somete al material a un número determinado de ciclos de ensayos, con el fin de observar cómo reaccionan los materiales frente a los agentes seleccionados. Obviamente, son ensayos destructivos, y se requiere de una cierta cantidad de material. Algunos de los ensayos más utilizados son: ciclos de humedad-sequedad, hielo-deshielo, cristalización de sales, niebla salina, atmósferas contaminadas, choque térmico, exposición a la radiación ultravioleta, etc., y cualquier combinación entre ellos. Se utilizan principalmente para determinar la durabilidad de los materiales, y para evaluar la durabilidad de tratamientos de conservación o de nuevos materiales.

#### **Bibliografía recomendada**

- Alvarez de Buergo, M., González, T. (1994): Estudio del método de la medida de la velocidad de propagación del sonido y su aplicación a edificios históricos. *Ingeniería Civil* 94, 69-74.
- Doehne, E., Price, C.A. (2010): Stone Conservation. An Overview of Current Research, 2<sup>nd</sup> edition, Research in Conservation, The Getty Conservation Institute, Los Angeles, USA.
- Esbert, R., Ordaz, J., Alonso, F.J., Montoto, M., González-Limón, T., Álvarez de Buergo, M. (1997): Manual de diagnóstico y tratamiento de materiales pétreos y cerámicos. Colegio de Aparejadores y Arquitectos Técnicos de Barcelona, Colección Manuales de Diagnóstico, 5, 139 p.
- Martín, A. (1990): Ensayos y experiencias de alteración en la conservación de obras de piedra de interés Histórico-Artístico. Ed. Fundación Ramón Areces, Madrid, 609 p.
- Mingarro, F. (ed.) (1996): Degradación y Conservación del Patrimonio Arquitectónico. Ed. Complutense, 505 p.
- Veniale, F., Zezza, U. (1990): Advanced Workshop ICOMOS-CE Analytical methodologies for the investigation of damaged stones, Pavia.
- Winkler, E.M. (1994): Stone in Architecture: Properties. Durability. 3<sup>rd</sup> edition, Springer, 313 pp.

#### Normativas y recomendaciones de consulta

- ASNT American Society for Non destructive Testing, [www.asnt.org](http://www.asnt.org)
- CEN TC 346 European Committee for Standardisation. Technical Committee. Conservation of Cultural Property, [www.cen.eu](http://www.cen.eu)
- ISRM Internacional Society for Rock Mechanics, [www.isrm.net](http://www.isrm.net)
- Normas ASTM American Society for Testing Materials, [www.astm.org](http://www.astm.org)
- Normas DIN German Institute for Standardization, [www.din.de](http://www.din.de)
- Normas UNE-EN. AENOR. Métodos de Ensayo para la Piedra Natural, [www.aenor.es](http://www.aenor.es)
- Recomendaciones NORMAL para la piedra natural, [www.tine.it/normal/normal.htm](http://www.tine.it/normal/normal.htm)
- RILEM Reunión Internacional de Laboratorios de Ensayo de Materiales, [www.rilem.net](http://www.rilem.net)