

# Aplicaciones de la Microscopía Electrónica de Barrido al estudio del deterioro y la restauración de edificios históricos: la Casa de Oquendo (s.XVI) y el Palacio de la Diputación (s.XIX) (San Sebastián, País Vasco)

*S.E.M. Applications to the study of the damage and restoration of historic buildings: the Oquendo House (16th century) and the Deputation Palace (19th century) (San Sebastián, Basque Country)*

García-Garmilla, F. (\*) Rodríguez-Maribona, I. (\*\*) Cano, M. (\*\*) Ibáñez-Gómez, J.A. (\*) Zalbide, M. (\*\*) Garín, S. (\*\*\*) y Osa-Chans, E. (\*\*\*)

(\*) Universidad del País Vasco. Facultad de Ciencias. Dpto. Mineralogía y Petrología, Ap. 644, 48080-Bilbao. E-mail: nppgagaf@lg.ehu.es

(\*\*) Labein, Cuesta de Olabeaga 16, 48013-Bilbao. E-mail: isabel@labein.es

(\*\*\*) TEUSA TECPROPASA EUSKADI, S.A. Paseo de Los Olmos 14, 20016-Donostia. E-mail: teusa@adegi.es

## ABSTRACT

*The studies on the deterioration and restoration of buildings have increased in the last decades. The role of Scanning Electron Microscopy (S.E.M.) as a tool for textural studies of both damaged and restored rocks is important since it enables us to identify both the style of penetration of consolidating products inside altered rocks and the solidification textures into pore spaces. We have compared the results of the application of the products Sicof SM 296 and Consistone FS+A on Eocene sandstones of the Oquendo House and of the Deputation Palace, both buildings at San Sebastián city. As observed from S.E.M. and different laboratory tests, the Sicof SM 296 seems to be the most efficient consolidating product for the restoration of such Eocene sandstone materials since it occupies even the smallest pore spaces very homogeneously and leaves a certain degree of remaining porosity.*

**Key Words:** sandstones, scanning electron microscopy (S.E.M.), restoration, consolidants.

*Geogaceta*, 28 (2000), 59-62

ISSN: 0213683X

## Introducción

En la última década, se ha podido constatar por observación directa que el deterioro de las fachadas exteriores de los edificios históricos del País Vasco, en particular, aquellos construidos con piedra arenisca, ha progresado de manera tan acelerada como preocupante. Ello ha sido debido principalmente a los procesos de disolución que han incidido sobre los cementos naturales de la roca, y, en menor medida, a la colonización vegetal sufrida en determinadas zonas del material. Procesos de este tipo han afectado, entre otros edificios, a la Casa del Almirante Oquendo (CAO), situada en la parte alta del barrio de Gros, y al Palacio de la Diputación Foral de Guipúzcoa (PDFG), en la zona del Ensanche, ambos en la ciudad de San Sebastián (García-Garmilla, 1998, 1999; García-Garmilla *et al.*, 1999; Rodríguez-Maribona *et al.*, 1999).

De planta cuadrangular, la CAO, excelente ejemplo de arquitectura civil re-

nacentista, presenta un grado de desgaste importante en la fachada principal (de orientación meridional), construida con sillería de areniscas del Eoceno. En cambio, las fachadas este, norte y oeste del edificio están levantadas, con la excepción de los enmarcamientos de sillería de las ventanas que son también de areniscas eocenas, con una mampostería de arenisca más resistente, posiblemente del Complejo Supraurgoniano (tránsito del Cretácico inferior al superior), que ha sobrevivido mejor a la meteorización superficial.

Las fotografías actuales sobre su estado previo a la restauración reflejaban diversos daños. Así, la piedra arenisca de la fachada principal estaba tan desgastada que el cemento entre piezas resaltaba más que la propia piedra y se descascarillaba con facilidad. También las laminaciones originales de la roca favorecían la erosión según planos preferenciales, lo que facilitaba su desgaste (Fig.1a). Se constataba igualmente la existencia de un rebaje medio de 5 a 10 cm. por erosión de la pie-

dra de sillería, pudiendo alcanzar en otros puntos hasta los 20 cm. (Fig.1 b).

Por su parte, el PDFG es un edificio del último cuarto del siglo XIX, exponente de un perfecto clasicismo ecléctico. El deterioro en el material constructivo se centraba, sobre todo, en las cornisas, balaustrados y sobrecos de la fachada meridional del edificio; es decir, no se podía hablar de daños que afectaran a grandes volúmenes, pero sí de destrucción de múltiples detalles ornamentales, igualmente grave de cara a la estabilidad de elementos lábiles y el peligro público que ello entrañaba para los transeúntes. Entre las modificaciones sufridas por el edificio, se pueden citar: a) descascarillamientos en forma de fino lajado con precipitación de costras de ennegrecimiento localizadas bajo las cornisas. Este tipo de alteración era muy frecuente a favor de la laminación paralela horizontal primaria de la roca; b) desgaste por disolución de los canchillos soportantes de la cornisa superior de remate (Fig.1c). Eran habi-

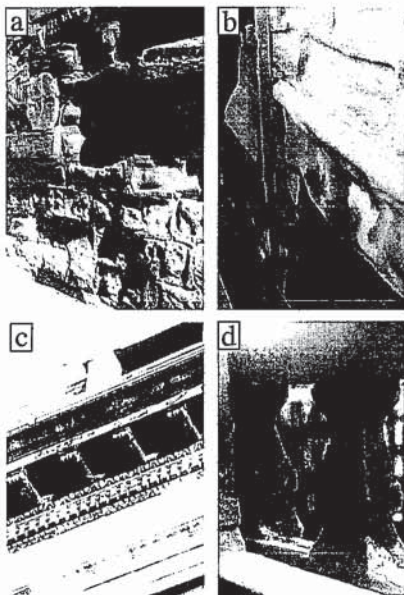


Fig. 1.- Aspectos del deterioro de los edificios: CAO: a) erosión diferencial de los sillares; b) rebaje centimétrico de la piedra por erosión; PDFG: c) erosión en canecillos y ajedrezados del frontón; d) desgaste y fracturación de los pilares de un balcón.

Fig 1.- Aspects of the damage that affects the buildings: CAO: a) differential erosion of the ashlar stones; b) stone loss at centimetrical-scale by erosion; PDFG: c) erosion of the corbels and frontal checkered-matives; d) erosion and break of the balcony pillars.

tuales los procesos de humidificación que progresaban de manera especial a través de las juntas entre piezas; c) disolución y lajamiento que interesaba, sobre todo, a los pilares troncocónicos de las balconadas (Fig.1d); y d) humedad generalizada acompañada de procesos de colonización vegetal, especialmente importante bajo la cornisa superior.

**Metodología**

La prevención del deterioro en este tipo de piedra arenisca se basa convencionalmente en el empleo de fungicidas, hidrofugantes y consolidantes. Sin embargo, aunque la observación de la arenisca degradada revela que existen en ella porosidades de hasta un 25-30%, la capacidad de penetración de los consolidantes no es homogénea, pues depende no solo de la composición y el tipo de solidificación del consolidante, sino también del tamaño de poro y grado de conexión entre los poros de la arenisca, parámetros ambos extraordinariamente variables según las muestras. La experiencia previa en el caso de la CAO, donde se utilizaron seis tipos de consolidantes (Wacker OH, Consistone FS+A, Keim Síflex OH, Tego-

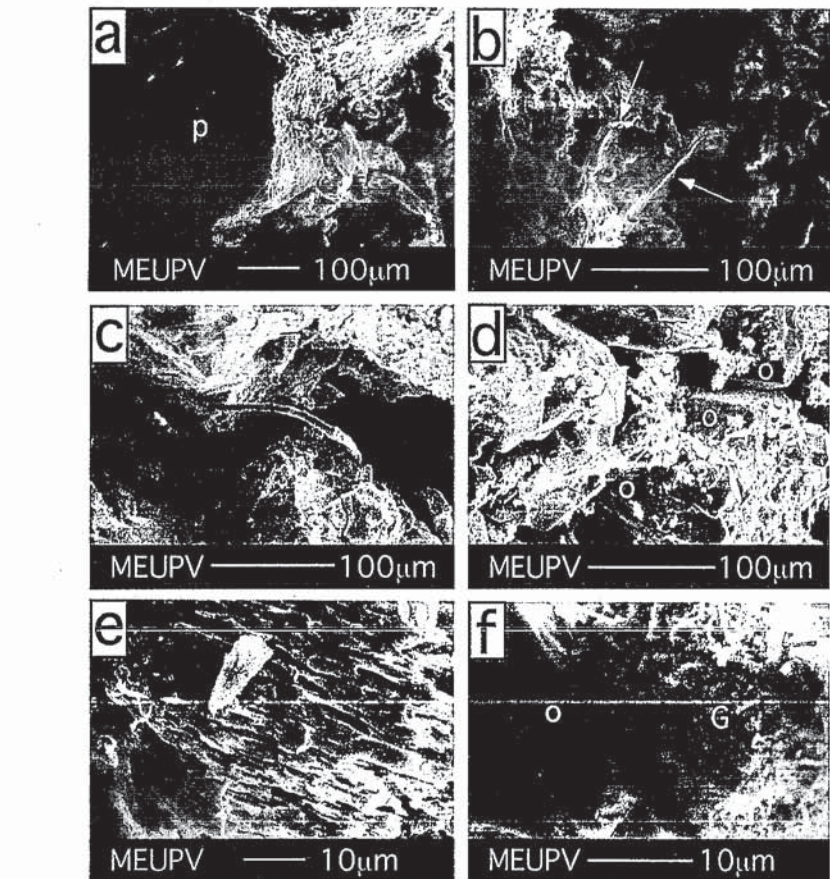


Fig.2.- Imágenes de S.E.M. de la roca sin consolidar: CAO: a) «esponjización» de la arenisca con creación de porosidad intragranular por disolución (p); b) disolución de un grano de feldespato potásico con restos de minerales de la arcilla (señalados con flechas); c) colonización por filamentos de origen vegetal; PDFG: d) cristales de cemento de cuarzo (o) crecidos sobre los granos detríticos de cuarzo; e) disolución diagenética de granos de feldespato potásico; f) glauconita en facies «en oruga» (G) y cristal de cuarzo autigénico (o).

Fig 2.- S.E.M. images of the unconsolidated rock: CAO: a) the sandstone becomes «spongy» with the subsequent creation of intragranular porosity by dissolution (p); b) K-feldspar grain dissolution leaving remains of shale platelets (arrowed), c) colonization by vegetal filaments; PDFG: d) quartz overgrowths (o) upon detrital quartz grains; e) diagenetic dissolution of K-feldspar grains; f) «caterpillar» glauconite (G) and authigenic quartz (o).

vakom, Sicof SM 296 y Durcypierre), permitió seleccionar los dos mejores (Sicof SM 296 y Consistone FS+A) para el caso del PDFG. Las muestras se sometieron a diferentes pruebas de laboratorio (medidas de densidad aparente y porosidad, absorción de agua, succión capilar y cristalización de sales, entre otras), así como a

la comprobación experimental del ángulo de contacto de la gota de agua tras la aplicación de los consolidantes.

Se ha utilizado el microscopio electrónico JEOL JSM-6400 instalado en la Facultad de Ciencias de la Universidad del País Vasco. La Microscopía Electrónica de Barrido (S.E.M.) ha constituido

Qmonocrist 24-76	Qpoliocrist 1-4	Plag. 0.5-2	FdK 1-13	Fr.metamórficos 1-3	Fr.chert 1-6	Fr.volcánicos 0-1	Fr.sedimentarios 0.5-25
Fr.carbon. 0-0.5	Min. acc. 2-8	Fósiles 0-4	Matriz 3-6	Cemento 3-6 (Q) 0.5-1 (FdK) 0.5-1 (oxFe) 0-28 (calcita)	Ø (mm) 0.15-1.05	Sorting (Powers) 0.43-0.73	Porosidad 4-11 (sin alterar) 25-30 (alteradas) (resultados en porcentajes)

Qmonocrist 56-64	Qpoliocrist 1-2	Plag. 1-3	FdK 6-9	Fr.metamórficos 1-3	Fr.chert 0.5-2	Fr.volcánicos -	Fr.sedimentarios 1-4
Fr.carbon. -	Min. acc. 10-12	Fósiles -	Matriz 4-9	Cemento 3-5 (Q) 0.5-1 (FdK) 1-6 (oxFe) - (calcita)	Ø (mm) 0.15-0.25	Sorting (Powers) 0.39-0.45	Porosidad 8-12 (sin alterar) 20-25 (alteradas) (resultados en porcentajes)

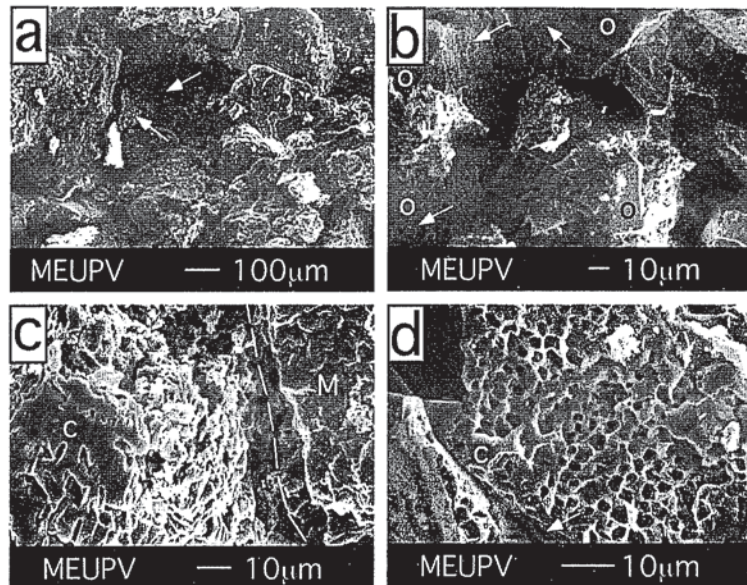
una herramienta importante a la hora de visualizar tres aspectos: (a) la naturaleza de la roca de cantera sin alterar, (b) el estado de la roca tras su degradación en la fachada del edificio; y (c) la textura del consolidante precipitado en los espacios intersticiales de la roca, así como su relación con los granos de la arenisca. Catorce muestras de roca de la CAO y doce del PDFG fueron recubiertas con una película de oro en condiciones de vacío ( $3 \times 10^{-2}$  mbar) durante un tiempo comprendido entre 3 min. 20 seg. y 4 min. con una corriente de rociado («sputtering») de 15mA. Las observaciones fueron hechas a un potencial de 17-20kV y distancias de trabajo de 7-14 mm. Diferentes aspectos sobre la textura y composición de las areniscas fueron observados al microscopio óptico convencional.

En los laboratorios de LABEIN se utilizó un medidor de humedades Protimeter Digital Mini de la casa Neurtek. El porosímetro de mercurio Poresizer 9400 de Micromeritics permitió la determinación rápida y fiable del porcentaje de porosidad. La presión de trabajo aplicada fue de hasta 207 MPa, con un rango de medida de 0,006 a 360 micras de diámetro de partícula. Se practicaron los ensayos de absorción de agua (norma UNE-22182), succión capilar (UNE-67031), medidas de densidad y porosidad (ASTMD 4404 84) y ciclos de cristalización de sales (PE.MC-15E).

**Texturas de la arenisca previas a la aplicación de los consolidantes**

Las areniscas empleadas en la construcción de la fachada sur de la CAO así como en el enmarcado de las ventanas en las otras paredes del edificio están caracterizadas por una composición subarcósica (Pettijohn *et al.*, 1987), cementos generalmente de cuarzo (aunque la calcita espática puede ocasionalmente alcanzar hasta el 28%) y una porosidad media entre el 4 y el 11%, que puede incrementarse en las muestras degradadas hasta el 25-30%. La tabla I resume la caracterización composicional y textural de las areniscas de la CAO.

Por su parte, las areniscas del PDFG son también subarcósicas más ricas en glauconita (hasta un 8%) que las de la CAO, menos variadas mineralógicamente y con un tamaño de grano y selección por tamaños más homogéneos que en el caso anterior. La porosidad en las rocas alteradas es algo menor que en las areniscas de la CAO. La tabla 2 muestra los datos de composición y textura de las areniscas del PDFG.



**Fig.3.-** Imágenes de S.E.M. de la roca consolidada: CAO: a) masa microgranular de Sicof SM 296 (señalada con flechas) que rellena los poros de la arenisca; PDFG: b) tapiz microgranular de Sicof SM 296 (señalado con flechas) que recubre a crecimientos de cemento de Cuarzo (o); CAO: c) masa vacuolar de Consistone FS+A (c) que no se ciñe al borde de un grano de mica (M) dejando un espaciado señalado por la línea discontinua; PDFG: d) Aspecto del Consistone FS+A (c) tapizando granos detríticos de la arenisca. En la parte inferior, marcado con una flecha, se ve el molde de los cristales de cemento de cuarzo.

*Fig 3.- S.E.M. images of the consolidated rock: CAO: a) microgranular mass of Sicof SM 296 (arrowed) infilling the sandstone pore spaces; PDFG: b) microgranular coat of Sicof SM 296 (arrowed) covering the quartz overgrowths (o); CAO: c) vuggy mass of Consistone FS+A (c) which appears unjoined from the border of a mica grain (M), leaving a space marked by the discontinuous line; PDFG: d) an aspect of the Consistone FS+A (c) covering the detrital grains of a sandstone. A mould of quartz cement crystals (arrowed) appears at the lower part of the photo.*

Tabla 3. Resultados de los Ensayos de Laboratorio realizados sobre las Areniscas de la Casa de Oquendo		
	Roca alterada	
Absorción de agua (%)	7.59	
Succión de agua (gr/cm2/min)	0.109	
Densidad aparente (gr/cm3)	2.025	
Porosidad (%)	24.68	
Díámetro medio de poro (mm)	0.09	
Cristalización de sales (-Δpeso, %)	39.24/85.39/96.89	
	Roca consolidada (Sicof SM 296)	Roca consolidada (Consistone FS+A)
Absorción de agua (%)	0.77	0.71
Succión de agua (gr/cm2/min)	0.0018	0.0038
Densidad aparente (gr/cm3)	2.111	2.104
Porosidad (%)	20.18	22.27
Díámetro medio de poro (mm)	0.09	0.091
Cristalización de sales (-Δpeso, %)	0.9/0.47/0.5	0.031/0.89/1.86
Angulo de contacto (°)	115.4	105.7
(resultados tras la aplicación de tres capas de consolidante con un 9-15% de humedad superficial de la roca)		

Tabla 4. Resultados de los Ensayos de Laboratorio realizados sobre las Areniscas del Palacio de la Diputación Foral de Guipúzcoa		
	Roca inalterada	Roca alterada
Absorción de agua (%)	5.17	5.98
Succión de agua (gr/cm2/min)	0.077	0.092
Densidad aparente (gr/cm3)	2.25	2.03
Porosidad (%)	15.1	23.7
Díámetro medio de poro (mm)	0.0239	0.090
Cristalización de sales (-Δpeso, %)	5.94/9.39/16.26	13.23/18.93/30.61
	Roca consolidada (Sicof SM 296)	Roca consolidada (Consistone FS+A)
Absorción de agua (%)	0.81	5.22
Succión de agua (gr/cm2/min)	0.0068	0.0004
Densidad aparente (gr/cm3)	2.01	2.011
Porosidad (%)	22.1	22.23
Díámetro medio de poro (mm)	0.084	0.094
Cristalización de sales (-Δpeso, %)	0/0/0	8.87/10.57/probeta disgregada
Angulo de contacto (°)	121.8	91.1
(resultados tras la aplicación de tres capas de consolidante con un 9% de humedad superficial de la roca)		

Al S.E.M., las areniscas alteradas de la CAO presentan síntomas de disolución intragranular que afecta a los componentes feldespáticos, además de una fuerte descementación que origina una alta porosidad intergranular (Fig.2a). La Fig.2b muestra cómo solo quedan algunos minerales de la arcilla originados por la alteración a favor de los planos de exfoliación de un grano de feldespato potásico, mientras el resto del mismo se ha disuelto. En casos más puntuales, la perforación por filamentos vegetales se encarga de debilitar superficialmente la roca (Fig.2c).

En el caso del PDFG, el análisis con el S.E.M. permite apreciar los crecimientos de cemento de cuarzo (Fig.2d), así como la disolución diagenética que afecta a los granos de feldespato potásico (Fig.2e), la colonización por filamentos vegetales y la textura interna «caterpillar» típica de la glauconita (Fig.2f).

#### Comportamiento de los consolidantes aplicados

Los diferentes ensayos de laboratorio, que fueron llevados a cabo en las dependencias del Centro Tecnológico LABEIN, arrojaron los resultados que se globalizan en las tablas 3 y 4. Es destacable que, aunque con diferencias cuantitativas, en ambos casos se deduce un mejor comportamiento del consolidante Sicof SM 296 frente al Consistone FS+A, en especial por el volumen de roca perdido tras 20 ciclos de cristalización de sales y por el ángulo de contacto de la gota de agua con la superficie de la roca tratada.

#### Texturas de la arenisca posteriores a la aplicación de los consolidantes

Desde el punto de vista textural, existe una relación entre el tamaño de poro y el «tamaño de grano por solidificación» del consolidante. Ambos tipos de consolidante se basan en un polímero orgánico de silicio hidrolizable (silicato de etilo), cuyos disolventes son alcoholes que se van evaporando progresivamente. La sustancia gelatinosa semisolidificada del Sicof SM 296 que presenta algunas microfracturas producidas por desplazamiento de masas. Este consolidante parece comportarse tanto mejor cuanto más

homogéneas sean las areniscas y tengan menor tamaño de poro, mientras el Consistone FS+A resulta más adecuado para areniscas de mayor tamaño de poro. Las observaciones al S.E.M. revelan que la repartición de los consolidantes por la roca no es homogénea. Mientras en algunos puntos no se detecta su presencia debido a una oclusión inicial ya importante de la porosidad de la roca por la presencia de matriz arcillosa y/o cemento carbonatado, en los espacios más porosos se puede constatar su diferente morfología de solidificación. Sicof SM 296 ha podido ser observado como una pasta homogénea que cierra bien los espacios intergranulares, ciñéndose cuidadosamente tanto a los bordes de los granos de la trama (fig.3a) como a las caras de los cristales de cuarzo que actúan como cementos naturales (fig.3b). Por su parte, Consistone FS+A aparece habitualmente en forma de una masa trabecular muy porosa que, además, deja márgenes de despegue importantes con los bordes externos de los granos de la trama (figs.3c y 3d). Un cemento natural sabemos que es tanto más efectivo cuanto mejor rodea los granos constitutivos de la roca. De este modo, la comparación entre consolidantes y cementos naturales nos lleva a pensar que el mejor consolidante también desde el punto de vista textural es Sicof SM 296.

#### Conclusiones

Los ensayos de laboratorio han revelado que el consolidante Sicof SM 296 hace que la roca resista mejor a los ciclos de cristalización de sales, a la vez que le otorga un poder hidrorrepelente mayor que el Consistone FS+A.

En los casos en que se ha detectado su penetración, el consolidante Sicof SM 296 aparece como una «pasta» más compacta que rellena los poros ajustándose mejor a los bordes originales de los granos detríticos. Por el contrario, el Consistone FS+A, una vez solidificado, tiene una estructuración mucho más porosa, con estilo de flujo aparentemente menos plástico, que origina una masa vacuolar que no se ciñe correctamente a los bordes de los granos de la trama, dejando una porosidad de ajuste al contorno del grano que no corrige los

espacios intersticiales previos. Este estilo textural sugiere que el tamaño de molécula de Consistone FS+A es mayor que el de Sicof SM 296, por lo que el primero resultaría más adecuado para rocas con mayor tamaño de poro que las areniscas que nos ocupan.

De lo anterior, puede afirmarse que la microscopía electrónica de barrido (S.E.M.) juega un papel muy ilustrativo a la hora de tomar decisiones que conllevan una elevada responsabilidad en relación con el patrimonio histórico, la estética arquitectural y el presupuesto económico de la restauración. La utilización de esta técnica permite tipificar y cuantificar los daños producidos en la roca, así como la efectividad de los productos consolidantes sobre el afianzamiento de su textura final.

#### Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado por el Gobierno Vasco a través de los Proyectos de Investigación UE 97/23 y UE 98/3. A la Dra. Ma Luisa de N6 le agradecemos las orientaciones que nos ha dado en el empleo del microscopio electrónico.

#### Referencias

- García-Garmilla, F. (1998): *Proyecto de Restauración de la fachada principal de la Casa del Almirante Oquendo (San Sebastián). Estudio Petrológico*. UPV/EHU (no publicado). Leioa, 196pp.
- García-Garmilla, F. (1999): *Proyecto de Restauración de la fachada meridional del Palacio de la Excma. Diputación Foral de Gipuzkoa (San Sebastián). Estudio Petrológico*. UPV/EHU (no publicado). Leioa, 156pp.
- García-Garmilla, F.; Garín, S.; Ibáñez-Gómez, J.A.; Rodríguez-Maribona, I. y Zalbide, M. (1999): *XIX Reunión Bienal de la Sociedad Española de Microscopía Electrónica (S.E.M.E.)*. Libro de Resúmenes, p.429-430.
- Pettijohn, F.J.; Potter, P.E. & Siever, R. (1987): *Sand and Sandstone*. Springer Verlag. New York, 553pp.
- Rodríguez-Maribona, I.; Zalbide, M.; García-Garmilla, F.; Ibáñez-Gómez, J.A. y Garín, S. (1999): *Materiales de Construcción*, 49, 19-30.