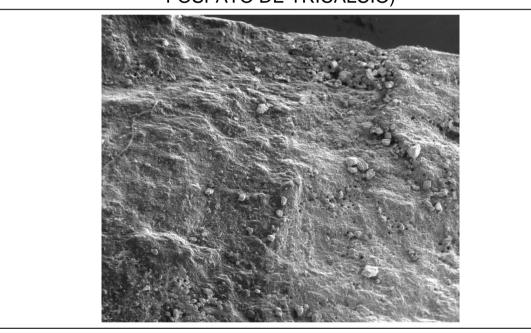


# INVESTIGACIÓN DEL EFECTO SUPERFICIAL DE LA PREPARACIÓN QUÍMICA SOBRE MATERIAL PALEONTOLÓGICO

(SOLUCIÓN TAMPÓN FORMADA POR ÁCIDO FÓRMICO MÁS FOSFATO DE TRICALCIO)



Francisco Justicia Hernández

**Treball Final de Màster** 

Tutor/a: Núria Flos Travieso

Juny 2016

### **AGRADECIMIENTOS**

Quiero agradecer este trabajo a mi tutora Núria Flos y a Carolina Cancelo por el grado de implicación que han mostrado, por haberme guiado durante estos meses, por haberme permitido conocer e investigar en profundidad este "mundo" y por acompañarme durante este proyecto.

Al ICP, por haberme abierto las puertas y ofrecerme todos los medios para trabajar, haciendo posible este Trabajo.

A Xènia Aymerich por todos sus consejos, los cuales han sido de gran valor. A Isaac Casanovas y Raef Minwer-Baakat por haberme dedicado parte de su tiempo.

A mi pareja, por apoyarme, comprenderme y ayudarme en los momentos más difíciles. Y a mi familia, por haber creído siempre en mí permitiéndome cumplir mis sueños.

# ÍNDICE

### **RESUMEN**

1.	INTRODUCCIÓN	pág. 2
	1.1 Antecedentes.	pág. 4
	1.2 Interés del tema	pág. 9
2.	MARCO TEÓRICO	pág. 12
	2.1 Paleontología	pág. 14
	2.2 Fósil	pág. 15
	2.3 Yacimiento de Can Mata	pág. 17
	2.4 Preparadores	pág. 19
3.	PREPARACIÓN PALEONTOLÓGICA	pág. 24
	3.1 Introducción.	pág. 24
	3.2 Preparación mecánica	pág. 25
	3.3 Preparación química	pág. 26
	3.4 Procedimiento preparación química	pág. 28
4.	ÁCIDO FÓRMICO	pág. 30
	4.1 Soluciones amortiguadoras, fosfato de tricalcio ( $Ca_3(PO_4)_2$ )	pág. 32
	4.2 Neutralización (agua)	pág. 33
	4.3 Paraloid B-72	pág. 33

5.1 In	troducción	pág. 38
5.2 M	uestras	pág. 38
5.3	2.1 Muestra 1 (costilla)	pág. 38
5.3	2.2 Muestra 2 (diente)	pág. 39
5.3 De	escripción de la muestra 2 (diente) a analizar	pág. 39
5.4 Pı	cocedimiento Preparación mecánica de la muestra	a 1 (costilla)pág. 43
5.4	4.1 Material	pág. 43
5.4	4.2 Preparación muestra 1 (costilla)	pág. 44
	5.4.2.1.1 Preparación primer paquete	pág. 44
	5.4.2.1.2 Preparación segundo paquete	pág. 44
	5.4.2.1.3 Preparación tercer paquete	pág. 45
	5.4.2.1.4 Preparación cuarto paquete	pág. 46
	5.4.2.1.5 Preparación quinto paquete	pág. 49
5.5 F1	ragmento a analizar proveniente del cuarto paque	etepág. 50
5.:	5.1 Descripción	pág. 50
5.:	5.2 Preparación	pág. 51
5	5.3 Delimitación zonas	pág. 52
5.6 Pı	reparación de la solución tampón formada po	or ácido fórmico más
fo	sfato de tricalcio	pág. 55
5.0	5.1 Material	pág. 55
5.0	5.2 Procedimiento	pág. 56
6. ANÁL	ISIS MICROSCOPÍA ESTEREOSCÓPICA ANTES I	DEL
	0	· -
	troducción	_
	aterial utilizado	1 0
	reparación de la muestra	
	rocedimiento	•
	4.1 Muestra 1 (costilla)	
6.4	4.2 Muestra 2 (diente)	pág. 61

	6.7 Resulta	dos fotográficos	pág. 66
	6.7.1	Muestra 1 (costilla)	pág. 66
	6.7.2	Muestra 2 (diente)	pág. 68
7.	ANÁLISIS N	MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	pág. 70
	7.1 Introd	ucción	pág. 70
	7.2 Materia	al utilizado	pág. 71
	7.3 Prepara	ación de la muestra	pág. 71
	7.3.1	Problemas encontrados	pág. 71
	7.4 Procedi	imiento	pág. 72
	7.4.1	Muestra 1 (costilla)	pág. 72
	7.5 Probler	nas encontrados	pág. 74
	7.6 Resulta	do	pág. 75
			. 50
	7.7 Resulta	dos fotográficos	pag. 76
8.	ANÁLISIS N	ndos fotográficos	LICACIÓN DEL
8.	ANÁLISIS N ÁCIDO	MICROSCOPÍA ESTEREOSCÓPICA TRAS AP	LICACIÓN DEL pág.80
8.	ANÁLISIS N ÁCIDO 8.1 Introdu	MICROSCOPÍA ESTEREOSCÓPICA TRAS AP	LICACIÓN DEL pág.80 pág. 80
8.	ANÁLISIS N ÁCIDO 8.1 Introdu 8.2 Materia	MICROSCOPÍA ESTEREOSCÓPICA TRAS AP	LICACIÓN DEL pág.80 pág. 80 pág. 80
8.	ANÁLISIS N ÁCIDO 8.1 Introdu 8.2 Materia 8.3 Prepara	MICROSCOPÍA ESTEREOSCÓPICA TRAS AP	LICACIÓN DEL pág.80 pág. 80 pág. 80 pág. 81
8.	ANÁLISIS N ÁCIDO 8.1 Introdu 8.2 Materia 8.3 Prepara 8.3.1	MICROSCOPÍA ESTEREOSCÓPICA TRAS AP  ación de la muestra.	LICACIÓN DELpág.80pág. 80pág. 81pág. 81
8.	ANÁLISIS N ÁCIDO 8.1 Introdu 8.2 Materia 8.3 Prepara 8.3.1 1	MICROSCOPÍA ESTEREOSCÓPICA TRAS AP  ación de la muestra.  Muestras 1 (costilla) y 2 (diente)	LICACIÓN DELpág.80pág. 80pág. 81pág. 81pág. 81
8.	ANÁLISIS N ÁCIDO 8.1 Introdu 8.2 Materia 8.3 Prepara 8.3.1 1 8.4 Procedi 8.4.1 1	MICROSCOPÍA ESTEREOSCÓPICA TRAS AP  ación	LICACIÓN DELpág.80pág. 80pág. 81pág. 81pág. 81pág. 81
8.	ANÁLISIS N ÁCIDO 8.1 Introdu 8.2 Materia 8.3 Prepara 8.3.1 1 8.4 Procedi 8.4.1 1 8.4.2 1	MICROSCOPÍA ESTEREOSCÓPICA TRAS AP  ación	LICACIÓN DELpág. 80pág. 80pág. 81pág. 81pág. 81pág. 81pág. 81pág. 82
8.	ANÁLISIS N ÁCIDO 8.1 Introdu 8.2 Materia 8.3 Prepara 8.3.1 1 8.4 Procedi 8.4.1 1 8.4.2 1 8.5 Resulta	MICROSCOPÍA ESTEREOSCÓPICA TRAS AP  ación ación de la muestra  Muestras 1 (costilla) y 2 (diente)  imiento  Muestra 1 (costilla)  Muestra 2 (diente)	LICACIÓN DELpág. 80pág. 80pág. 81pág. 81pág. 81pág. 81pág. 82pág. 83
8.	ANÁLISIS N ÁCIDO 8.1 Introdu 8.2 Materia 8.3 Prepara 8.3.1 1 8.4 Procedi 8.4.1 1 8.4.2 1 8.5 Resulta 8.5.1 1	MICROSCOPÍA ESTEREOSCÓPICA TRAS AP  ación.  ación de la muestra.  Muestras 1 (costilla) y 2 (diente)  imiento.  Muestra 1 (costilla)  Muestra 2 (diente)	LICACIÓN DELpág. 80pág. 80pág. 81pág. 81pág. 81pág. 81pág. 82pág. 83pág. 83
8.	ANÁLISIS N ÁCIDO 8.1 Introdu 8.2 Materia 8.3 Prepara 8.3.1 1 8.4 Procedi 8.4.2 1 8.5 Resulta 8.5.1 1 8.5.2 1	MICROSCOPÍA ESTEREOSCÓPICA TRAS AP  ación ación de la muestra  Muestras 1 (costilla) y 2 (diente)  imiento  Muestra 1 (costilla)  Muestra 2 (diente)  ados  Muestra 1 (costilla)	LICACIÓN DELpág. 80pág. 80pág. 81pág. 81pág. 81pág. 81pág. 82pág. 83pág. 83pág. 83
8.	ANÁLISIS N ÁCIDO 8.1 Introdu 8.2 Materia 8.3 Prepara 8.3.1 1 8.4 Procedi 8.4.1 1 8.4.2 1 8.5 Resulta 8.5.1 1 8.5.2 1	MICROSCOPÍA ESTEREOSCÓPICA TRAS AP  ncción	LICACIÓN DELpág. 80pág. 80pág. 81pág. 81pág. 81pág. 81pág. 82pág. 83pág. 83pág. 83pág. 83

9.	INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOSpág. 92
	9.1 Muestra 1, Zona 1 (fósil consolidado y con sedimento)pág. 92
	9.2 Muestra 1, Zona 1 y 2 (fósil con y sin consolidar y con
	sedimentopág. 95
	9.3 Muestra 1, Zona 2 (sin consolidar y con sedimento)pág. 98
	9.4 Muestra 1, Zona 3 (sin consolidar y sin sedimento, reverso)pág. 101
	9.5 Muestra 1, Zona 4 (sin sedimento, consolidado)pág. 102
	9.6 Muestra 1, Zonas 5 y 6 (sedimento con y sin consolidar)pág. 105
	9.7 Muestra 2 (diente1) Esmalte con sedimentopág. 108
	9.8 Muestra 2 (diente 1) Interior del dientepág. 108
	9.9 Muestra 2 (diente 1) Esmalte vivopág. 108
	9.10 Muestra 2 (diente 2) Raíz con sedimentopág. 108
10	. DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOSpág. 114
11	L. CONCLUSIONESpág. 118
12	. BIBLIOGRAFÍApág. 122
13	. GLOSARIOpág. 128
14	. ANEXOpág. 134 Organización para la realización de las fotografías de la muestra
	Ficha técnica del ácido fórmico
	Ficha técnica del fosfato de tricalcio
	Ficha técnica del Paraloid® B-72

#### Resumen

El presente Trabajo Final de Máster (TFM) tiene como objetivo principal conocer los efectos perjudiciales de la utilización de la solución tampón, formada por ácido fórmico más fosfato de tricalcio en la superficie. Todo ello, siguiendo los parámetros utilizados habitualmente en el *Institut Català de Paleontologia Miquel Crusafont* para la realización de las preparaciones químicas. El material con el cual se realizará el estudio, proviene del yacimiento paleontológico de Can Mata (Hostalets de Pierola).

Para conocer los efectos del ácido en superficie, se preparará material paleontológico tanto mecánica como químicamente, documentando el proceso fotográficamente mediante microscopias, las cuales nos darán información sobre el estado de las superficies de las muestras tanto antes como después de la aplicación del ácido. Una de estas muestras será preparada previa aplicación del ácido, mecánicamente, para validar el proyecto y poder descartar equivocaciones durante el proceso. La muestra restante será material ya preparado previamente.

En la primera parte, se describirá el marco teórico como así los términos y procesos que deben ser explicados para la comprensión del proyecto. A continuación, serán descritas las metodologías utilizadas en este Trabajo Final de Máster para la obtención de los resultados. Para terminar, se analizaran los resultados obtenidos, realizando comparaciones y extrayendo conclusiones de las mismas, así como recomendaciones para futuras investigaciones.

### **Abstract**

This Final Project Master (TFM) has as its main objective to know the harmful effects of the use of formic acid buffered with tricalcium phosphate on the surface, according to the parameters commonly used in the Institut Català de Paleontologia Miquel Crusafont, with material from the site paleontological Can Mata (Hostalets de Pierola).

For the purpose, observations are made by microscopy, with which the surface of the samples will be compared before and after application of the acid. One of the samples will be prepared mechanically to rule out mistakes during the process and to validate the project. And the other sample will be prepared beforehand.

In the first part, the theoretical framework as well the terms and processes that must be explained to the understanding of the project will be described. Next, the methodologies used in

this final project are described. Finally, the results were analyzed, making comparisons and drawing conclusions from them, as well as recommendations for future research.

# 1.INTRODUCCIÓN

#### 1.1 Antecedentes

A lo largo del siglo XX la preparación de restos paleontológicos ha ido evolucionando, como así los procesos que la conforman. Para la realización de dichas preparaciones, se han utilizado de una forma complementaria tanto técnicas mecánicas como químicas. La preparación mecánica, en muchas ocasiones, se ha visto condicionada en su utilización por la fragilidad y el estado de conservación de las piezas a tratar, suponiendo para el restaurador un gran esfuerzo de trabajo y una gran inversión de tiempo para obtener unos resultados con apariencia poco definida. Su variante, la preparación química, ha sido desarrollada paralelamente para poder realizar con éxito aquellos trabajos que podían suponer un riesgo para la integridad del fósil si eran realizados mecánicamente, obteniendo a su vez mejoras en los tiempos de preparación y liberando al restaurador para poder trabajar en otros aspectos¹.

La primera vez que se utilizaron medios químicos para la preparación paleontológica, fue a finales del s. XIX y se llevaron a cabo por el paleontólogo suizo Carl Wiman (1895, 1896), quien utilizó por primera vez el ácido acético no tamponado para disolver carbonatos procedentes de matrices<sup>2</sup>. El método de aplicación del ácido acético en vertebrados llegó una década más tarde y fue desarrollada en 1908 por el paleontólogo inglés Francis Arthur Bather. Este método, no fue aplicado de forma habitual hasta la década de 1930<sup>34</sup>.

En 1938, Toombs utilizó para la realización de las preparaciones paleontológicas, el ácido clorhídrico, entre otros ácidos minerales. Este ácido, ya había sido utilizado con anterioridad por Hermann en 1909 con el mismo fin. Pero no fue hasta ese momento y gracias a la práctica en la utilización de estos, cuando se descubrió que el uso de ácidos minerales además de disolver la matriz, era capaz de disolver el fósil. Tras experimentos y estudios varios, Toombs concluyó que el ácido acético era el que proporcionaba un mejor resultado cuando se diluía al 20% en agua<sup>5</sup>.

A mediados del siglo XX, Rixon y Toombs, fueron los primeros en dejar constancia documental sobre la utilización de distintos ácidos y mezclas, para la eliminación de carbonatos de calcio y

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> MOROS, A., et al., *Investigación y desarrollo de la técnica de inmersión en ácido aplicada a la preparación de vertebrados fósiles*., Paleoymas, universidad de Braunschweig, universidad de Zaragoza

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> JEPPSSON, L., ANEHUS, R., (1995), A buffered formic acid technique for conodont extraction, Journal of paleontology, v. 69, № 4, pág. 790

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> LINDSAY, W., (1986), *The acid Technique in Vertebrate Paleontology,* the Geological curator, vol. 4, nº7, Issue 1, Pág. 457

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> MC CRAE, C., POTZE, S., (mayo 2007), A fresh look at chemical fossil extraction, Palaeont. Afr. pág. 115

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> WHYBROW, P. j., (1985), *A History of Fossil Collecting and Preparation Techniques*, Department of Palaeontology British Museum (Natural History) pág. 22-23

otros carbonatos procedentes de matrices, sin perjudicar gravemente los esqueletos fósiles. Además, ambos experimentaron con resinas sintéticas para el desarrollo de técnicas preparatorias. En especial, en sus estudios se menciona por primera vez la utilización del ácido fórmico para la preparación paleontológica<sup>6</sup>.

La preparación química, en su aspecto "positivo", ha sido conocida a lo largo del siglo por haber proporcionado un mejor acabado en superficie al ser comparada con los resultados obtenidos por preparación mecánica. La capacidad del ácido para acceder a áreas en las cuales era imposible que llegara cualquier herramienta mecánica, marcaba el punto de inflexión para decidir su utilización. A su vez, introducía mejoras en cuanto a la capacidad para diferenciar entre matriz y fósil de una forma más precisa y sutil<sup>7</sup>. Hoy día podemos encontrar artículos e investigaciones tanto de preparación paleontológica como de investigación sobre los ácidos, en las cuales se presenta la preparación química, como una técnica eficiente y económica, la cual mejora el rendimiento y la eficacia de las preparaciones, eliminando mayor porcentaje de matriz, incrementando la estabilidad estructural del espécimen y proporcionando un mejor acabado<sup>8</sup>. Una pequeña muestra de preparaciones paleontológicas en las cuales se hizo uso de la preparación química mediante ácido fórmico y obtuvieron una preparación exitosa es la siguiente:

- La preparación del Ornithocheiroidea (Pterosauria, pterodactyloidea) realizada por José Antonio Ulloa Rivas, se realizó mediante la separación de la matriz con instrumental de devastado y ácido fórmico diluido. El bloque fósil se sumergió en una cubeta con una disolución al 10%, consolidando el fósil previamente y neutralizándose con agua posteriormente. El proceso duró una semana, repitiéndose cada día el ataque. El resultado fue totalmente satisfactorio9.
- Los restos fósiles del pez placodermo del Devónico de Loscos (Teruel) fueron preparados mediante baños en ácido fórmico debido a la fragilidad de los restos, consiguiendo así una reducción de la matriz y una correcta preparación.

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup> RUTZKY, I. S., ELVERS, W. B., KELLNER, A., (1994), Chemical preparation Techniques, editado por Patrick Leiggi, May, P., Vertebrate Paleontological Techniques vol 1., pág 156

<sup>&</sup>lt;sup>7</sup> LINDSAY, op. cit., (1986), Pág. 455

<sup>&</sup>lt;sup>8</sup> MOROS, op. cit.

<sup>&</sup>lt;sup>9</sup> ULLOA, J. A., (2013), Nueva especie de Ornithocheiroidea (Pterosauria, Pterodactyloidea) del Barremiense (Cretácico Inferior) de la Península Ibérica, Universidad de Zaragoza, pág. 28-29

- Encontramos también precedentes de la utilización del ácido fórmico en las preparaciones de conodontos, en dinosaurios cretácicos y en los cocodrilos de Arén (Huesca). Todos ellos ofrecen una preparación exitosa<sup>10</sup>.
- En la preparación del estegosaurio de Portugal realizada por Araújo, se utilizaron tanto ácido fórmico como ácido clorhídrico al 5-10%, más la aplicación del fosfato de tricalcio como agente tamponante, durante las diferentes etapas de la preparación del bloque. Los ácidos mostraron ser de gran utilidad durante la eliminación final de las trazas de sedimento en superficie. Las inmersiones en el ácido fueron de 2 a 5 horas y los resultados fueron los esperados<sup>11</sup>.
- Por último, en el libro "Vertebrate Paleontological Techniques, vol. 1" <sup>12</sup> podemos encontrar indicaciones de los autores sobre la forma correcta de la utilización del ácido fórmico. Ellos aconsejan una concentración del 5%. A su vez, podemos encontrar modificaciones de la misma, las cuales son utilizadas en distintas partes del mundo. Por ejemplo, Bob Carr y Bill Sanders del museo Paleontológico de la Universidad de Michigan utilizan el ácido en una concentración del 7 al 10% y Hervé Lelievre del Institut de Paleontologie de París lo utiliza al 20% en Placodermos ya que el contenido de lodo en la roca es más alto.

Gracias a los ejemplos mostrados anteriormente, el ácido fórmico al igual que otros tipos de ácidos, continúan utilizándose hoy día para la preparación paleontológica como complemento de la preparación mecánica, siendo el fórmico uno de los más utilizado por el *Institut Català de Paleontologia* para realizar sus preparaciones y por consiguiente el centro de nuestra investigación.

Pero no todo lo que nos ofrece la preparación química ha sido siempre tan positivo. Durante el transcurso de este siglo hemos podido observar un cambio de los ácidos utilizados, pasando de ácidos fuertes a débiles, debido a la acción abrasiva de los mismos. Un ejemplo de ello, es la investigación realizada por Toombs, mencionada anteriormente. Este, desarrolló el uso del acético en respuesta a la incapacidad de los ácidos minerales para discernir entre el fosfato de calcio del hueso y el carbonato de la matriz. A su vez, Rixon, buscó una alternativa al fuerte olor

. <sup>11</sup> ARAIÍIO R. MATFIIS O et a

<sup>&</sup>lt;sup>10</sup> MOROS, op. cit.

<sup>&</sup>lt;sup>11</sup> ARAÚJO, R., MATEUS, O., et al. (enero 2009), *PREPARATION TECHNIQUES APPLIED TO A STEGOSAURIAN DINOSAUR FROM PORTUGAL*, Journal of Paleontological Techniques, Número 5, ISSN: 1646-5806. Pág. 12

<sup>12</sup> RUTZKY, ELVERS, KELLNER, op. cit., (1994), pág 3-4, 158

desagradable producido por el ácido acético, utilizando el ácido fórmico en substitución de este<sup>13</sup>.

El descubrimiento que propició la posterior revisión de todos los ácidos utilizados en la preparación química, puede atribuírsele a Ziegler y compañía. Los cuales publicaron una investigación en la década de los 70' en la que quedaba constancia de que el ácido monocloroacético aplicado en la preparación, era capaz de destruir elementos fósiles<sup>14</sup>. El estudio solamente mostraba la acción de ese ácido en particular, por lo que los otros ácidos débiles continuaron considerándose seguros hasta 1981, cuando se demostró que el ácido acético, el más utilizado hasta el momento, también era capaz de ser destructivo. Además de estos cambios sustanciales, se ha podido observar una tendencia hacia la reducción de la proporción de los ácidos aplicados en la preparación, intentando encontrar el equilibrio perfecto para su utilización sin perjudicar al espécimen.

En las últimas décadas, se han introducido nuevas sustancias las cuales han sido añadidas a la solución empleada para crear productos más estables y seguros para la aplicación en fósiles. Descubierta la posibilidad de que los ácidos débiles también pudieran atacar al fosfato en muestras con bajo contenido en carbonato, en 1973 Braillon recomendó la adición de 2.7 g de fosfato de calcio por litro en ácido acético al 15 % de forma general al proceso. Este agente tamponante (carbonato de calcio o fosfato de calcio) evitaba así disoluciones de elementos propios de los fósiles, obteniéndose una técnica más segura<sup>15</sup>. En la actualidad, el ICP utiliza una solución tampón la cual se realiza mezclando ácido fórmico al 5% saturado con fosfato de tricalcio.

Tras años de ensayos y rectificaciones, nos llega a nuestros días un producto que, tras un siglo de utilización, presenta teóricamente grandes ventajas si se utiliza siguiendo los parámetros establecidos, pero que no descarta al 100% una posible alteración sobre el fósil. Estos parámetros, nos asegurarían la mínima erosión posible por lo que su aplicación, no debería provocar pérdidas de información útiles para el investigador. En el pasado, los daños producidos al fósil durante su preparación, eran aceptados como parte del proceso, aunque se buscaran alternativas que minimizaran el daño producido. Si observamos los fósiles recogidos y preparados de hace 100 años, algunos se están descomponiendo químicamente encontrándose

<sup>&</sup>lt;sup>13</sup> LINDSAY, op. cit., (1986), pág. 457

<sup>&</sup>lt;sup>14</sup> JEPPSSON, ANEHUS, op. cit., (1995), pág 790

<sup>&</sup>lt;sup>15</sup> LINDSAY, op. cit., (1986), pág. 458

en un ambiente de museo, debido a la preparación abrasiva que tuvieron en su día y que continua afectándoles<sup>16</sup>.

Uno de los estudios más recientes revela que el ácido fórmico además de ser peligroso para la integridad del fósil, es capaz de modificar las firmas isotópicas de oxígeno en conodontos <sup>17</sup>. Estas firmas son importantes para el conocimiento de las especies, obteniendo de ellas gran información sobre los hábitos del ejemplar. Por este motivo, es importante revisar nuevamente los parámetros establecidos y conocer realmente el alcance de dicha preparación.

Gracias a la investigación, cada vez somos más conscientes del efecto que causa la aplicación de substancias sobre muestras, por lo que ahora con más razón está creciendo la tendencia hacia la reducción de las intervenciones para impedir así efectos perjudiciales que conllevan la desaparición de la pieza a largo plazo. En la actualidad, la preparación por medios químicos no acaba de tener buena prensa y muchos continúan presentando reticencias en su utilización, apoyándose en estudios actuales, como los mostrados anteriormente. En cambio, el uso seguro que se le está dando desde los centros de preparación está proporcionando grandes resultados a nivel macroscópico<sup>18</sup>.

-

<sup>&</sup>lt;sup>16</sup> WHYBROW, op. cit., (1985), pág. 23-24

<sup>&</sup>lt;sup>17</sup> HELLAWELL, J., NICHOLAS, C. J., (2012), Acid treatment effect on the stable isotopic signatures of fossils, Paleontology, vol. 55, parte 1, pág. 1

<sup>&</sup>lt;sup>18</sup> MC CRAE, POTZE, op. cit., (mayo 2007), pág. 115-116

### 1.2 Interés del tema

Debido a lo mencionado anteriormente, nos enfrentamos a un producto el cual ha debido ser reajustado en sus proporciones y adaptado en cuanto a substancias añadidas a lo largo del siglo XX por su poder corrosivo. Como podemos observar, se trata de una forma de preparar material paleontológico el cual puede presentar defensores y detractores. Esta variedad de opiniones hace plantearse la posibilidad de que, a día de hoy la utilización del ácido fórmico, aunque realizándose de una forma segura, pueda seguir afectando de algún modo a la integridad del fósil. Las preparaciones químicas que se realizan en la actualidad presentan un gran acabado observadas a simple vista, por lo que el interés principal está en acercarse más a la superficie y observar cual ha sido el resultado a un nivel microscópico.

Como restauradores debemos ser conscientes del peligro que supone permitir la utilización de ciertos tipos de substancias sin conocer en profundidad cual es el efecto que provocan y debemos ponerle remedio. Por este motivo, es muy importante y necesaria la investigación en estos campos. El desarrollo y la formación de todos los implicados durante el proceso de preparación marcará el futuro tanto de la conservación como del conocimiento de los ejemplares.

Este estudio es importante para poder llegar a conocer el alcance de la limpieza, la erosión y el daño causado mediante la preparación habitual utilizada en el *ICP*. Se ha decidido realizar el estudio sobre el ácido fórmico, puesto que es la preparación utilizada habitualmente en los diferentes centros de preparación. Los resultados obtenidos podrán ser de valor pedagógico y científico, ayudando en el avance de la preparación y la investigación en este campo.

A partir de las conclusiones obtenidas podrán variarse los parámetros técnicos de los materiales utilizados si es necesario, minimizando así el impacto en futuras intervenciones sobre ejemplares y posiblemente abaratando el proceso de preparado.

En la actualidad, podemos encontrar variedad de estudios cuya finalidad es encontrar métodos alternativos menos abrasivos para conseguir evitar causar alteraciones sobre especímenes en términos generales. Los estudios realizados y publicados sobre un ácido específico utilizado habitualmente, son inusuales o inexistentes, por lo que resulta interesante poder investigar sobre la utilización de este ácido en particular.

Al tratarse de material procedente de un yacimiento excepcional (yacimiento de Can Mata), este estudio podrá suponer una oportunidad para conocer en profundidad el efecto causado, pudiendo contrastar información con muestras tratadas con anterioridad.

Tomando en consideración todos los aspectos comentados anteriormente, el objetivo principal de este trabajo es dar respuesta a la siguiente pregunta: ¿Cuál es el daño o efecto causado sobre la superficie de los fósiles a nivel microscópico, por la utilización de la preparación química mediante el uso de la solución tampón formada por ácido fórmico al 5% más fosfato de tricalcio, provenientes del yacimiento de Can Mata, para la eliminación de la matriz?

Para la consecución del objetivo general, se focalizará el trabajo en cuatro objetivos más concretos:

- Constatar o no la existencia de un efecto adverso aun cuando se ha realizado una preparación segura.
- Valorar las posibles diferentes respuestas obtenidas a partir de la diferente composición de la muestra "diente".
- Valorar el daño causado en superficie a nivel microscópico.
- Constatar si el efecto tamponante del fosfato de tricalcio aplicado es eficaz.

Tras la evolución que ha presentado la preparación química a lo largo de los años y a partir de los últimos descubrimientos en los cuales se muestra que el uso de este, puede provocar alteraciones. Se espera que aun con todos los avances producidos, la utilización del ácido fórmico de la forma en la cual se utiliza en la actualidad, provoque alteraciones superficiales en el fósil las cuales puedan dificultar su conservación a largo plazo e imposibilitar la obtención de información útil a nivel superficial.

### 2. Marco teórico

### 2.1 Paleontología

Podríamos definir brevemente la Paleontología como la ciencia que estudia los fósiles y nos equivocaríamos, pero sí nos quedaríamos cortos, ya que es un tanto más compleja. Esta ciencia todos abarca los elementos relacionados con los seres vivos que poblaron la tierra en épocas pasadas (fauna, flora y ecosistemas). Estos



Figura 1, fósil en yacimiento. Extraído de la página web: http://www.dicyt.com/data/20/22920.jpg

seres, son accesibles hoy día a partir de sus fósiles, consiguiendo así información útil, al igual que de los sedimentos de los cuales proceden. La paleontología no fue reconocida como Ciencia hasta principios del siglo XIX, cuando se certificó que era de utilidad para determinar la edad relativa de los estratos de la corteza terrestre. Podríamos catalogarla como una ciencia multidisciplinaria ya que abarca tanto la geología, como la biología, la química o muchas otras ramas que intervienen en el desarrollo de la misma.

Gracias al estudio de los fósiles, los geólogos pueden profundizar sus conocimientos sobre la tierra, ya que estos proporcionan un elemento clave para determinar la edad geológica del lugar. Gracias a esta datación podemos conocer en detalle la evolución de los seres vivos y catalogarla, creando así, una sucesión real de la pertenencia de los tiempos geológicos de cada uno<sup>19</sup>.

El significado de los fósiles no fue del todo entendido hasta finales del siglo XVII con la publicación de diversos libros en los cuales se debatía sobre la clasificación de los fósiles, refiriéndose a ellos como "un cuerpo sólido naturalmente contenido en el seno de un sólido" (Nikolaus Steno, de solido intra solidum naturaliter contento dissertatio, 1669) esta fue la primera vez en la que se discernió entre la naturaleza y el origen del ejemplar<sup>20</sup>. Pero, en esencia ¿qué es un fósil?

<sup>&</sup>lt;sup>19</sup> SCOTT, J., (1975), Introducción a la PALEONTOLOGÍA, traducido por Meléndez, G., Paraninfo, Madrid, pág. 6-7

<sup>&</sup>lt;sup>20</sup> SOUR, F., RIVERA, S., (1997), *La Paleontología y el estudio de la vida en el pasado*, Paleontología, García, P., et al., las prensas de ciencias, Pág. 18-20

### 2.2 Fósil

Rosa Domenech y Jordi Martinell definen el fósil como "cualquier resto de organismo o de actividad orgánica que esté contenido en el registro geológico<sup>21</sup>", considerándolo así como una evidencia de una vida pasada.

La mayoría de los fósiles son extraídos de rocas sedimentarias pertenecientes a yacimientos paleontológicos. Durante el proceso de fosilización, el espécimen en cuestión sufre modificaciones, evolucionando con el medio en el que se encuentra para encontrar un equilibrio que le permita mantenerse. Las partes duras del espécimen son más probables que se preserven que los restos blandos. Una correcta fosilización es posible cuando se da un enterramiento rápido, el cual aleja a la entidad de la erosión que provoca encontrarse en la superficie. La descomposición y la destrucción por carroñeros es más usual cuando el espécimen permanece en la superficie. Si se encuentra en un medio marino tiene más posibilidades de prevalecer, dado que se encuentra en un ambiente sedimentario. En caso de encontrarse en un medio continental, al ser un medio erosivo, este puede dificultar la fosilización del mismo<sup>22</sup>.

El soporte estructural que proporciona el colágeno en los vertebrados vivos, es prácticamente inexistente en los subfósiles (*sensu* Shelton y Johnson, 1995, c.p Corral, J. C., 2012, pág. 129)<sup>23</sup>. En huesos más antiguos, anteriores pleistoceno, la microestructura ha sido reforzada o reemplazada por minerales, por lo que la presencia de estos compuestos orgánicos es mucho menor o están completamente ausentes (Hare, 1980 c.p Corral, J. C., 2012, pág. 129) <sup>2425</sup>. La fosilización puede lograrse de varias maneras:

 Conservando el material original: estos fósiles son raros de encontrar ya que solamente se conservan cuando han permanecido todo el tiempo desde su fallecimiento entre capas de hielo. Estos ejemplares son capaces de conservar tanto el pelo como la carne original en un estado extraordinario. Son conocidos los descubrimientos de mamuts

<sup>&</sup>lt;sup>21</sup> DOMÈNECH, R. MARTINELL, J., (1996), Introducción a los fósiles, Masson, SA. Barcelona, pág. 1

<sup>&</sup>lt;sup>22</sup> DOMÈNECH, MARTINELL, op. cit., (1996), pág. 4

<sup>&</sup>lt;sup>23</sup> CORRAL, J. C., (2012). Técnicas aplicadas en la preparación de un cráneo cuaternario de *Panthera pardus* (Linneo, 1758) de Ataun (cueva Allekoaitze, Guipúzcoa, España). *Boletín Geológico y Minero*, 123 (2), pág. 129

<sup>&</sup>lt;sup>24</sup> HARE, P.E. 1980. Organic geochemistry of bone and its relation to the survival of bone in the natural environment, c.p. Corral, J. C., (2012), Técnicas aplicadas en la preparación de un cráneo cuaternario de *Panthera pardus* (Linneo, 1758) de Ataun (cueva Allekoaitze, Guipúzcoa, España). *Boletín Geológico y Minero*, 123 (2), pág. 129

<sup>&</sup>lt;sup>25</sup> JOHNSON, J.S. (1994). Consolidation of archaeological bone: a conservation perspective. *Journal of Field Archaeology*, 21, 221-233.

- lanudos de los cuales se ha podido llegar a extraerse incluso briznas de hierba procedentes de la última vez que se alimentaron.
- Por sustitución de la materia original por otra distinta: estos son los fósiles más comunes. Al quedar enterrados, la acción abrasiva del agua que penetra por las grietas y fisuras, descompone el material original soluble del cual permanece solamente el molde. Gracias a la deposición de elementos minerales disueltos en el agua en el interior del molde a lo largo de un periodo extenso de tiempo se llega a crear una copia exacta de un nuevo material diferente del original.
- Por impregnación mediante sales minerales: las sales disueltas en el agua se infiltran a través de la roca rellenando los espacios y poros del ejemplar con minerales que cubren toda la superficie<sup>26</sup>.



Figura 2, mamut momificado. Extraído de la página web: http://cadenacinco.com/wpcontent/uploads/2014/05/Cadena Cinco Mamut Congelado.jpg

.

<sup>&</sup>lt;sup>26</sup> SCOTT, op. cit., (1975), pág. 10-12

Para conocer en profundidad el fósil o el material a analizar, antes debemos conocer el medio en el que se encontraba. En el caso de los fósiles, nos referimos a los yacimientos. Estos, dan respuesta en cuanto a la edad geológica y composición de matriz y fósil, facilitando la posterior preparación. Podemos definir brevemente al yacimiento paleontológico como un lugar en el cual, de forma natural, se han conservado restos o evidencias de un pasado biológico<sup>27</sup>.

#### 2.3 Yacimiento de Can Mata

El material tratado en esa investigación es perteneciente al yacimiento de Can Matas, conocido desde principios del siglo XX. No se trata de un yacimiento como tal, sino de un conjunto de ellos. Desde 2002 se han catalogado más de 150 de estos vacimientos. Durante los últimos 100 años de búsqueda paleontológica se han recuperar más de 60.000 restos de vertebrados fósiles, entre los que encontramos elefantes,



Figura 3, yacimiento de Can Mata. Extraído de la página web: http://images.ara.cat/2015/10/29/

en:

jabalíes, rinocerontes, dientes de sable y primates (Pau, Lluc y Laia) entre otros. Se trata de un yacimiento excepcional tanto en cantidad, como en calidad y en singularidad (72 nuevas especies catalogadas). Este, se encuentra situado en la zona de Hostalets de Pierola (Anoia) y cuenta con sedimentos que pertenecen geológicamente al mioceno. El yacimiento se extiende por varias localidades, algunas fueron descubiertas por Marius Guerin en la década de los 20' y difundidas por Josep Ramón Bataller (renombrado geólogo y paleontólogo, nombrado en 1949 catedrático de Paleontología y Geología Histórica de la Universidad de Barcelona<sup>28</sup>). Durante los años 40 el terreno fue estudiado por Miguel Crusafont i Pairó (reputado Paleontólogo y catedrático de paleontología por la Universidad de Oviedo, quien participó en la fundación del Museu de Sabadell siendo posteriormente su subdirector, fundando en 1969 el Institut Provincial de Paleontología y publicando más de 200 trabajos paleontológicos junto a sus colaboradores) y Josep Fernández de Villalta (licenciado en ciencias naturales en Barcelona,

Yacimiento paleontológico. Es.wikipedia.org. (2016).[online] Disponible https://es.wikipedia.org/wiki/Yacimiento paleontol%C3%B3gico [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>&</sup>lt;sup>28</sup> Josep Ramon Bataller i Calatayud | enciclopèdia.cat. (2016). Enciclopedia.cat. Visitado 24 mayo 2016, Disponible en: http://www.enciclopedia.cat/EC-GEC-0008263.xml

doctorado en Madrid y profesor del CSIC<sup>29</sup>), descubriendo la localidad que hoy se conoce como *Bretxa de Can Mata* y uno de los ejemplares más antiguos de un primate homínido en las proximidades de *Can Vila*<sup>30</sup>.

En los años 70, se creó un vertedero el cual con el tiempo fue legalizado. Gracias a la ampliación que se pretendía realizar, años más tarde, se pudo realizar la intervención paleontológica preventiva. Después de la muerte de Miquel Crusafont en 1983 continuaron las investigaciones, realizando prospecciones preventivas, de las cuales surgieron un gran número de macro vertebrados. Debido a este motivo, paralelamente a las obras de construcción, se proyectó una intervención de control preventivo continuado, siguiendo la maquinaria. Esto ha continuado de forma ininterrumpida desde finales de 2002 hasta la actualidad. Durante la primera campaña (2002-2003) aparecieron 2000 restos de macrovertebados, provenientes de animales del Aragoniense superior (mioceno). Este yacimiento ha proporcionado importantes descubrimientos. Durante las primeras campañas fue recuperado el cráneo y esqueleto parcial de *Pierolapithecus catalaunicus* (Pau), un nuevo género y especie de simio antropomorfo<sup>31</sup>.

Los hallazgos han propiciado la creación del l'Ecoparc 4 (2007-2010). En el 2011 se realizó el descubrimiento del cráneo, los dientes y una parte del brazo izquierdo de un nuevo simio, Pliobates cataloniae (Laia). La zona está en el centro de una cuenca neógena, formadas por capas sedimentarias de entre 15 a 8 millones de años. Las capas sedimentarias intercalan conjuntos de sedimentos marinos y de transición. Las capas inferiores corresponden al Mioceno inferior, las superiores al Mioceno medio-superior y los materiales del complejo marino y de transición corresponden al Mioceno medio<sup>32 33</sup>.

En los yacimientos, el trabajo ha sido realizado a lo largo de los años por los paleontólogos, pero, ¿Y en el taller o laboratorio, quienes han sido los preparadores?

<sup>&</sup>lt;sup>29</sup> Josep Fernàndez de Villalta i Comella | enciclopèdia.cat. (2016). Enciclopedia.cat. Visitado 24 mayo 2016, Disponible en: http://www.enciclopedia.cat/EC-GEC-0071068.xml

<sup>&</sup>lt;sup>30</sup> Àrea de paleontologia - Visita Hostalets. (2016). Visita Hostalets. Visitado 24 mayo 2016, Disponible en: http://hostaletspaleontologia.cat/ca/centre-restauracio-interpretacio-paleontologica/arees/area-de-paleontologia/

<sup>&</sup>lt;sup>31</sup> ALBA, D. M., et al., (enero-diciembre 2006), los vertebrados fósiles del Abocador de Can Mata (els hostalets de Pierola, l'Anoia, Catalunya), una sucesión de localidades del Aragoniense superior (MN6 y MN7+8) de la cuenca del Vallès-Penedès. Campañas 2002-2003, 2004 y 2005., Estudios Geológicos, 62 (1), pág. 296

<sup>&</sup>lt;sup>32</sup> BARTRINA, M. T., Cabrera, L., et al. (1992). Evolution of the central Catalan margin of the Valencia Trough. *Tectonophysics*, 203: 219-247.

<sup>33</sup> ALBA, et al., op. cit., (enero-diciembre 2006), pág. 296

### 2.4 Preparadores

Desde que la paleontología fue considerada como una Ciencia, a principios del siglo XIX, la preparación de los ejemplares llevados a estudio fue realizada por los mismos paleontólogos o "albañiles" subcontratados por los paleontólogos, utilizándose el término preparador por primera vez en América del Norte. George Cuvier, podría considerarse como la primera persona en describir una técnica de laboratorio. Este zoólogo francés realizó una descripción de métodos de preparación fósil en 1804. Debido al interés documental que suscitaba el propio fósil en sí, la preparación del mismo quedaba relegada a un segundo plano, siendo sus procesos poco documentados o incluso inexistentes. Como consecuencia, nos encontramos en la actualidad con escaso material sobre preparaciones históricas. La información relacionada con la preparación fue escasa, desde principios a mediados del siglo XIX. Como dijo P. J. Whybrow, "la paleontología de vertebrados debe ser una de las pocas "ciencias", donde las técnicas que se utilizan para establecer los hechos parecen ser de poca relevancia"<sup>34</sup>.

Los paleontólogos han sido en todo momento conscientes de la evolución de los métodos de laboratorio, pero la documentación por escrito carecía de importancia técnica por lo que se suprimía, conociendo a esta etapa como una época oscura. Aunque contaban con un proceso el cual fue descrito a principios de siglo, su utilización estaba condicionada por el propio investigador, su localización geográfica o su institución<sup>35</sup>. Se intentaron recopilar las distintas prácticas, pero ninguna resultó ser exhaustiva y rigurosa para la práctica habitual. Por lo que no se pudo encontrar una literatura compacta, la cual nos narrara los procesos de preparación.

El desarrollo o aprendizaje de los distintos métodos de preparación no era a partir de bibliografía al uso, sino más bien a partir del aprendizaje práctico, con manuales muy básicos y traspasados oralmente de maestro a aprendiz <sup>36</sup>(Mateo 1919; Camp y Hanna 1937; May et al. 1991; Brown y Kane 2008; Brown 2009, c.p. Brown, M. A, 2012)<sup>37</sup>. Esto ha supuesto que aparezcan documentos con informaciones erróneas y duplicadas a lo largo de la historia, en las cuales se ponían a prueba distintas técnicas que con gran probabilidad suponían alteraciones

<sup>&</sup>lt;sup>34</sup> WHYBROW, op. cit., (1985), pág. 5

<sup>&</sup>lt;sup>35</sup> MAY, P., (1994), Vertebrate Paleontological Techniques vol 1., pág 113

<sup>&</sup>lt;sup>36</sup> PAÍSES, T. (diciembre de 2014), *Los trabajos de conservación-restauración en el laboratorio del Museo de Prehistoria de Valencia: problemática de las antiguas intervenciones pH investigación [en línea]*, n.º 3, pág. 1-19 <a href="http://www.iaph.es/phinvestigacion/index.php/phinvestigacion/article/view/62">http://www.iaph.es/phinvestigacion/index.php/phinvestigacion/article/view/62</a>

<sup>&</sup>lt;sup>37</sup> BROWN, M. A., (2012), *The development of "modern" palaeontological laboratory methods: a century of progress*. Earth and Environmental Science Transactions of the Royal Society of Edinburgh, 103, pág. 1

irreversibles, las cuales no acababan de ser documentadas. Debido a esta forma de actuar, la búsqueda de nuevos tratamientos se limitó a consultas entre compañeros cercanos, creando una autosuficiencia y desarrollando técnicas independientes.

Con la entrada del siglo XX y hasta finales de los 70′, los paleontólogos encargados de la preparación paleontológica fueron documentando los procesos de preparación metodológicamente, creando así documentos de gran utilidad, los cuales describían los distintos procesos y desarrollaban nuevas técnicas. Muchos de los cuales aún hoy día siguen sirviendo de referencia a la hora de proceder, mostrando procesos que han variado poco hasta la actualidad. De las primeras publicaciones que se tiene constancia sobre las primeras técnicas de preparación química son de F. A. Bather (1908) y la revisión de A. Hermann (1909).

Conocer los métodos históricos es importante ya que los tratamientos empleados no se quedan en el pasado debido a que continúan actuando en el presente. Por lo general, no se pueden revertir y continúan afectando, por lo que conocer el proceso utilizado nos ayudará a una correcta conservación<sup>38</sup>.

A finales de los 70′, los restauradores especializados en material paleontológico hicieron su incursión en este ámbito, creando profesionales cuya labor era la de realizar los procesos de preparación. Gracias a estos, se profesionalizó el trabajo, creándose publicaciones periódicas especializadas en el sector y provocando una unificación de los conocimientos de las mejores prácticas. A raíz de la Ley de Patrimonio Histórico Español (1985), el trabajo del preparador empezó a ser más demandado<sup>39</sup>. En la actualidad, cada vez más centros cuentan con personal especializado, los cuales continúan investigando en nuevas técnicas y herramientas. El avance de las técnicas de laboratorio y el aumento del interés en el tema han provocado la sofisticación en las líneas de investigación.

En ciertos lugares, todavía se ve con normalidad que el propio investigador sea el que prepare las muestras, aun careciendo de formación específica. En la actualidad, aun encontramos preparaciones con materiales que no cumplen las normas actuales de conservación. La utilización de goma laca o Glyptal han sido encontradas y utilizadas 30 años después de su demostración de inestabilidad para su uso en preparaciones (Damiani y Hancox 2003; Sidor y Welman 2003, c. p., BROWN, M. A, 2012, pág. 3)<sup>40</sup>.

-

<sup>&</sup>lt;sup>38</sup> BROWN, op. cit., (2012), pág. 2

<sup>&</sup>lt;sup>39</sup> FERNÁNDEZ, P., LACASA, E., (2009), CRITERIOS DE CONSERVACIÓN Y RESTAURACIÓN DEL PATRIMONIO PALEONTOLÓGICO, IV Congreso del GEIIC. Cáceres, pág. 335-340

<sup>&</sup>lt;sup>40</sup> BROWN, op. cit., (2012), pág. 3

La preparación paleontológica al igual que las restauraciones que se efectúan en otros ámbitos, es un trabajo interdisciplinar. Por este motivo, preparadores e investigadores deben mantener en todo momento una buena comunicación para poder extraer del ejemplar que está siendo tratado la máxima información posible sin que en el proceso se vea perjudicada la integridad del fósil. Este trabajo interdisciplinar es imprescindible para resolver conflictos relacionados con las posiciones de la pieza según el estudio anatómico, para definir los límites del tratamiento, estando presentes en todas y cada una de las fases<sup>41</sup>. Durante la preparación de los especímenes se intenta que impere el proceso de mínima intervención<sup>42</sup> (Johnson, 1994; López Mata, 2003, c. p. Corral, J. C., 2012, pág. 133), tratando de ser lo menos invasivos posibles sobre el original.

En ocasiones, debido a la importancia del ejemplar, estos parámetros establecidos de preparación deben variar y amoldarse para poder obtener la máxima información posible, en detrimento de la conservación del espécimen. Un ejemplo de estos, son los corales. Los cuales solo pueden identificarse por secciones. Debido a esta preparación tan invasiva, su exposición queda descartada. Para poder realizar este tipo de investigaciones tan agresivas, debe quedar en evidencia la imposibilidad de adquirir la información por otras vías (Anon 1994, c.p., BAARS, C., 2010, pág. 239). Cuando la pérdida es irremediable, se utiliza el procedimiento de Scrutton (1979, BAARS, C., 2010, pág. 241), realizando una documentación fotográfica exhaustiva y fabricando moldes a partir del original<sup>43</sup>.

Si algo queda claro, es que no se le otorga el mismo valor al fósil dependiendo del especialista que vaya a tratarlo. El investigador le otorga por encima de todo un valor científico, del cual poder extraer información, dejando a un lado la futura preservación del ejemplar. Mientras, para un conservador/restaurador, el mismo ejemplar puede presentar innumerables motivos para su conservación, ya sea por presentar un valor estético por su forma anatómica, por su valor histórico (formando parte la herencia de un coleccionista importante o por imposibilidad de recoger material similar), por su valor didáctico, el cual sirva a las próximas generaciones para conocer el pasado y también por ser un valor futuro, ya que quizás el día de mañana el material que se preserve hoy pueda ser de ayuda para obtener un conocimiento más profundo<sup>44</sup>.

\_

<sup>&</sup>lt;sup>41</sup> PAÍSES, op. cit., (diciembre de 2014), pág. 1-19

<sup>&</sup>lt;sup>42</sup> CORRAL, op. cit., (2012), pág 133

<sup>&</sup>lt;sup>43</sup> BAARS, C., (diciembre 2010), DARE TO PREPARE? THE VALUE OF PREPARING AND SAMPLING HISTORICALLY IMPORTANT MUSEUM COLLECTIONS, Geological Curator Group, vol. 9, nº4, pág. 239-241

<sup>44</sup> BAARS, op. cit., (diciembre 2010), pág. 237

Gracias a esta forma de valorar tan diversa entre los distintos especialistas, encontrar un equilibrio en su preparación comporta ciertos dilemas éticos en la práctica habitual. Ya que las preparaciones encaminadas al análisis o la identificación, acaban comportando actos invasivos o destructivos, alterando para siempre el estado original de la pieza. El reto del conservador/restaurador junto con el de los científicos es el de encontrar el equilibrio entre la función cultural del objeto, las necesidades básicas de los investigadores y su conservación.

Las preparaciones que se realizan habitualmente pueden ser divididas en dos grandes bloques, aunque ambas en la práctica se complementan. Estas son la preparación mecánica y la preparación química. ¿Pero, en qué se basan cada una y cuál es su fin?

### 3. Preparación Paleontológica

### 3.1 Introducción

Uno de los procesos más importantes para el fósil es su preparación. Para los investigadores es necesario que los preparadores liberen el fósil de la matriz que lo envuelve en la mayor o menor medida de lo posible<sup>45</sup>. La eliminación de esta, es un factor determinante para conocer su futura estabilidad y utilidad<sup>46</sup>. La preparación del fósil, la cual comporta la eliminación de la matriz, puede realizarse de dos formas; mecánicamente con la utilización de distintas herramientas o químicamente por la aplicación de ácidos y bases<sup>47</sup>.

Además de este trabajo minucioso y cuidadoso, el cual debe garantizar la estabilidad y el valor a largo plazo del fósil, con cada nueva intervención de importancia relevante, es necesaria una exhaustiva documentación previa. Durante el transcurso de la misma, el restaurador deberá adquirir los conocimientos necesarios tanto del material que va a utilizar como del grado de aplicación del mismo, para así poder realizar un uso seguro el cual no comprometa la conservación del espécimen. La experiencia y formación de los restauradores posibilitará en cierta medida una conservación duradera y una preparación certera.

Procesos, técnicas y materiales quedan exhaustivamente documentados en un registro, cuando la pieza presenta cierto valor<sup>48</sup>. En el pasado esto no ocurría, por lo que a menudo una pieza que ya ha sido preparada es difícil de volver a tratar, puesto que se desconocen los materiales que fueron utilizados. Comprendiendo el impacto que supone a largo plazo tanto el material como los métodos utilizados sobre el fósil, es posible poder garantizar una correcta interpretación del espécimen. Sin conocer como preexisten los componentes y la reacción que provocan, la aplicación de nuevos productos químicos suponen un peligro para la preparación del espécimen de una manera segura y fiable<sup>49</sup>.

<sup>&</sup>lt;sup>45</sup> KUMMEL, B., Raup, D., (1965), Handbook of paleontological techniques, Freeman, pág. 294

<sup>&</sup>lt;sup>46</sup> SHELTON, S. Y., (1994), Paleontology and conservation, Patrick Leiggi, May, P., Vertebrate Paleontological Techniques vol 1., pág 15

<sup>&</sup>lt;sup>47</sup> BENTON, M. (1990). Vertebrate palaeontology. London: Unwin Hyman. Pág. 20-22.

<sup>&</sup>lt;sup>48</sup> SHELTON, op. cit., (1994), pág 3-4

<sup>&</sup>lt;sup>49</sup> BROWN, op. cit., (2012), pág. 1-2

### 3.2 Preparación mecánica

Podríamos decir sin miedo a equivocarnos, que todas las técnicas básicas que utilizamos hoy en día para la preparación paleontológica, ya se utilizaban a principios del 1900<sup>50</sup>. Con la entrada del siglo XX, los preparadores de fósiles se percataron que las herramientas que utilizaban (martillo y cincel) mostraban ciertas limitaciones al compararlas con aquellas que eran eléctricas. En 1903 E. S. Riggs facilitó el trabajo de extracción de concreciones



Figura 4, percutor neumático. Extraído de la página web: http://www.patrimonioculturaldearagon.es

gracias al martillo neumático que presentó. Este, era capaz de golpear 3000 veces por minuto, proporcionando un mejor acabado. Dos años más tarde, apareció una nueva herramienta la cual presentaba unos grandes resultados para la preparación. Se trataba de la máquina de chorro de arena. En cierta forma revolucionó el campo de la preparación, aunque su utilización se viera limitada a matrices las cuales fueran más blandas que el fósil<sup>51</sup>.

Las herramientas que podemos utilizar en la actualidad varían desde distintos tipos de martillos y cinceles, percutores, bisturís, brochas, pistolas de aire comprimido, chorro de arena, etc. Estas, las podemos agrupar en tres grupos: las de percusión, las de rotación y las de abrasión.

En las herramientas de percusión y rotación, encontramos las herramientas eléctricas y las de aire comprimido, las cuales utilizan puntas de carburo o tungsteno. Las herramientas de abrasión (chorro de arena), son rápidas y efectivas para eliminar sedimento. Utilizan un gas inerte (aire comprimido, Nitrógeno o dióxido de carbono) y los abrasivos pueden variar desde bicarbonato sódico hasta micro partículas de hierro. El láser y los ultrasonidos son las últimas herramientas que se han unido a este campo<sup>52</sup>. Por lo general son herramientas que no han sido creadas específicamente para este trabajo. Gracias al desarrollo y la investigación están surgiendo nuevas herramientas o modificaciones de las mismas enfocadas especialmente a este ámbito<sup>53</sup>.

<sup>51</sup> WHYBROW, op. cit., (1985), pág. 22

<sup>&</sup>lt;sup>50</sup> BROWN, op. cit., (2012), pág. 9

<sup>&</sup>lt;sup>52</sup>Técnicas de preparación de fósiles. (2016) (1st ed.). Disponible en http://aragosaurus.com/secciones/docencia/tema/Master3 TecnicasdePreparacion.pdf

<sup>&</sup>lt;sup>53</sup> Hermann, A. (1909). *Modern laboratory methods in vertebrate paleontology*. [New York]: [Published by order of the Trustees, American Museum of Natural History]. Pág. 287-298

#### 3.3 Preparación química

Además de la preparación mecánica, encontramos la preparación química. Esta, es la encargada de llegar a zonas a las que no se puede accederse mecánicamente. Debido a la acción, en ocasiones poco controlada que provocan los ácidos, se debe tener especial atención en la realización de tratamientos relacionados con la limpieza química. Estos tratamientos deben sopesarse concienzudamente intentando elegir siempre los materiales más estables, para que la acción resultante sobre el fósil, contribuya a mejorar su preservación y no ponga en peligro la integridad física y funcional del fósil. En una preparación química, no todo el material queda expuesto a la acción del ácido. Las partes que quieren reservarse se protegen mediante la aplicación de capas de Paraloid® B-72.

Los materiales más comunes que requieren la eliminación mediante técnicas químicas son carbonatos (especialmente calcio y magnesio) y el óxido de hierro, procedente de hematitas, piritas y limonitas. El ácido también es ampliamente utilizado en la preparación de fósiles de invertebrados (Grant, 1989, c. p. Rutzky, I. S., Elvers, W. B., Kellner, A., 1994). Todos los materiales deben usarse con cuidado en cuanto a la ventilación y la seguridad personal<sup>54</sup>.

La limpieza química es un proceso el cual presenta algunas restricciones para su uso. La principal y más característica es su utilización únicamente cuando la composición química del fósil difiera del de la matriz<sup>55</sup>. Cuando esto se cumple, la aplicación de un ácido débil (ácido fórmico) en contacto con una matriz calcárea provoca una reacción lo suficientemente fuerte como para protonar el anión carbonato, disolviendo así la matriz. El protón proveniente del ácido interviene directamente en el proceso de disolución aunque no siempre es necesario<sup>56</sup>. (Rudner, 1972; Toombs, 1948, c. p. Abdala, F., Hidalgo, M., 1992). En teoría esta diferencia provoca que el ácido solamente ataque la matriz, dejando intacto el fósil.

$$HCOOH + CaCO_3 \rightarrow Ca (HCOO)_2 + CO_2 + H_2O$$

Este proceso es extremadamente peligroso para la estabilidad del fósil. Es recomendada su realización únicamente cuando el preparador tenga la información suficiente sobre la composición de los elementos a tratar. Considerándose este, como primer paso indispensable

<sup>56</sup> ABDALA, F., HIDALGO, M., (1992), Variaciones de un método químico de limpieza para la preparación de vertebrados fósiles, AMEGHINIANA, vol. 24, nº4, pág. 316

<sup>&</sup>lt;sup>54</sup> RUTZKY, ELVERS, KELLNER, op. cit., (1994), pág 155

<sup>&</sup>lt;sup>55</sup> KUMMEL, RAUP, op. cit., (1965), pág. 294

para poder realizar una preparación química. Una vez reconocida la composición de la pieza se podrá elegir el ácido más adecuado para su utilización. Para certificar la eficacia del proceso, es recomendado realizar un muestreo previo a partir de fragmentos del fósil a preparar, cuando estos no sean útiles para la investigación.

La inmersión total de la muestra en ácido no es del todo aconsejable debido al poder de penetración y dispersión en el interior del hueso difícilmente controlable, aunque es de uso común. Si el ácido llega al centro del fósil es difícil predecir y controlar su acción a la vez que dificulta su correcta neutralización, eliminación de residuos y preservación de las trazas microscópicas originales. En ocasiones puede provocar roturas en el espécimen<sup>57</sup>. (Lopez-Polín; Ollé; Cáceres et al., 2008, c. p. Pasíes, T., 2014, pág. 4)

Para llegar a obtener este grado de conocimiento sobre la preparación química, han sido necesarias décadas de pruebas y rectificaciones en las cuales se ha ido puliendo la técnica hasta lo que conocemos hoy día. La documentación sobre la correcta utilización tanto de los ácidos, como de las soluciones amortiguadoras o la neutralización para una preparación química es bastante escasa. Cada centro presenta unos parámetros de utilización, los cuales se distancian de lo teóricamente publicado ya que les ofrecen mejores resultados. A continuación, se describe brevemente el proceso de preparación recomendada por el libro *Vertebrate Paleontological Techniques*.

<sup>&</sup>lt;sup>57</sup> PAÍSES, op. cit., (diciembre de 2014), pág. 4

#### 3.4 Procedimiento preparación química

Como hemos mencionado anteriormente, encontramos pocos manuales en los cuales nos indiquen los parámetros a seguir durante la preparación química. A partir de los pocos libros publicados sobre preparación paleontológica, podemos extraer un procedimiento el cual nos asegura una correcta preparación química, aunque no es exactamente el mismo que utilizan en el *ICP*. La preparación recomendada se resume en las siguientes líneas.

- Proteger la parte del espécimen expuesto con capas de Paraloid® B-72, una primera capa de 1l de acetona y 40 gr de Paraloid® B-72, una segunda de 1l de acetona y 100 gr de Paraloid® B-72 y una tercera de 1l de acetona en 300 gr de Paraloid® B-72.
- Después de humedecer la muestra, sumergirla lentamente en la solución de ácido fórmico al 5-10% más fosfato de calcio (1g por cada 1000 ml). La mezcla se debe remover varias veces para que no se quede en el fondo del recipiente. El recipiente debe ser de caucho o plástico con marcas para conocer las medidas utilizadas. La muestra permanecerá en el interior durante 5-30 minutos.
- Extraer la muestra del recipiente realizando un movimiento de pala, por si el fósil ha perdido la conexión original.
- Lavar la muestra en agua corriente durante 2 horas. El agua no debe usarse directamente sobre la muestra, es recomendado el uso de una extensión de plástico que nos permita controlar tanto el flujo como la dirección.
- Dejar secar durante varias horas al aire y no forzar su secado. Al tratarse de una operación tan rápida debe ser vigilado constantemente.<sup>58</sup>

Cada centro de preparación paleontológica tiene sus preferencias en cuanto al ácido escogido. El *Institut Català de Paleontologia Miquel Crusafont* utiliza para sus preparaciones químicas el ácido fórmico. Pero, ¿qué es el ácido fórmico y que ventajas presenta frente a otros ácidos?

<sup>&</sup>lt;sup>58</sup> RUTZKY, ELVERS, KELLNER, op. cit., (1994), pág. 155-173

# 4. Ácido fórmico

En presencia de rocas calcáreas (compuestas principalmente por carbonato cálcico (CaCO3) calcita, trazas de magnesita (MgCO3) y otros carbonatos) reacciona de forma efervescente ya que el ácido fórmico transforma la piedra caliza en formiato de calcio (Ca (HCOO) 2), dióxido de carbono (CO2) y agua (H2O)<sup>61</sup>.

Este ácido presenta dos ventajas frente al ácido acético. Su rápida acción es una de ellas, solamente son necesarias de 8 a 10 inmersiones para disolver la matriz, frente a las 30 inmersiones que puede necesitar el ácido acético. Esto significa además de un menor tiempo de preparado, una disminución del estrés provocado al espécimen. Aun siendo el ácido fórmico más fuerte, el gran número de repeticiones requeridas por el ácido acético provocan en el fósil un gran estrés<sup>62</sup>. Otra de sus ventajas es la capacidad que presenta para descomponer dolomitas<sup>63</sup>.

La utilización de ácidos para la preparación paleontológica da como resultado un mejor acabado, accediendo a áreas en las cuales es imposible que llegue cualquier herramienta (Lindsay, 1987, c. p., Mc Crae, C., Potze, S., 2007). <sup>64</sup>

<sup>&</sup>lt;sup>59</sup> HELLAWELL, NICHOLAS, op. cit., (2012), pág. 2

<sup>&</sup>lt;sup>60</sup> Ácido fórmico | La Guía de Química. (2014). Quimica.laguia2000.com. Visitado 27 mayo 2016, Disponible en: http://quimica.laguia2000.com/quimica-organica/acido-formico

<sup>61</sup> LINDSAY, op. cit., (1986), pág. 459

<sup>62</sup> RUTZKY, ELVERS, KELLNER, op. cit., (1994), pág 156

<sup>63</sup> HELLAWELL, NICHOLAS, op. cit., (2012), pág. 3

<sup>64</sup> MC CRAE, POTZE, op. cit., (mayo 2007), pág. 115

Durante la preparación de conodontos realizada por Jeppson, este observó que además de su gran utilidad, también presentaba un gran potencial destructivo y perjudicial para los fósiles. Por lo que su utilización tuvo que verse reducida, utilizándose en ambientes bajo controles cuidadosos para evitar la disolución de los fosfatos presentes en los fósiles<sup>65</sup>.

En el *Institut Català de Paleontologia Miquel Crusafont*, la preparación y utilización del ácido fórmico se realiza extremando la seguridad tanto del personal implicado, como del material que está siendo preparado. Al ácido fórmico se le aplica una solución amortiguadora para impedir posibles alteraciones sobre el espécimen.

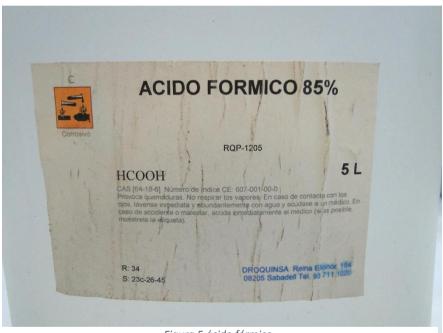


Figura 5 ácido fórmico

٠

 $<sup>^{\</sup>rm 65}$  HELLAWELL, NICHOLAS, op. cit., (2012), pág. 3

#### 4.1 Soluciones amortiguadoras, fosfato de tricalcio (Ca<sub>3</sub> (PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>)

La solución amortiguadora utilizada en el *ICP* y por tanto la que se utilizará en este estudio es el fosfato de tricalcio ( $Ca_3(PO_4)_2$ ). Éste, además de evitar que el ácido actué sobre la superficie fósil, estabiliza el pH de la solución. Este polvo blanco, inodoro, con dificultad para disolverse en agua, pero soluble en ácidos, se utiliza como regulador de la acidez. Con él, se evita que, durante la ejecución del proceso y la disolución de otros materiales, esta se vuelva más agresiva y afecte al material tratado.

Esta solución amortiguadora se opone a los cambios de pH cuando se agrega un ácido o álcali. En esencia, una solución reguladora o tamponación, está formada por un ácido o base débil y su par conjugado. Esta combinación tiene la capacidad de minimizar el efecto de la adición o eliminación de H+ del medio<sup>66</sup>. La capacidad reguladora es la máxima cantidad de ácido o base que una solución o buffer puede neutralizar<sup>67</sup>.

$$pH=pK_a+-1$$

1 M de ácido fórmico es muy agresivo y aunque mediante solución tampón el mayor pH puede lograrse, la solución puede resistir cambios en este, minimizando así los efectos de la disolución fósil. La solución tampón decrece el riesgo de disoluciones de fosfatos proveniente del fósil cuando el pH se mantiene en 3.6.68 69

Los minerales del fosfato de calcio son primariamente componentes inorgánicos del hueso que se producen de forma natural, gran parte está presente como hidroxiapatita<sup>70</sup>. El fosfato de calcio producido biológicamente no es puro, sino que contiene diversas cantidades de otros iones. La diagénesis propia, puede cambiar aún más la composición. Por lo tanto, la naturaleza particular de los fósiles coloca diferentes demandas en la solución disolvente apropiado.

<sup>66</sup> VELÁZQUEZ, MªD. L. L., ORDORICA, M. A., (2012), Ácidos, Bases, pH y soluciones Reguladoras

<sup>67</sup> MARTÍN, A. M., Soluciones reguladoras de pH, pág. 6

<sup>68</sup> JEPPSSON, ANEHUS, op. cit., (1995), pág 790-794

<sup>&</sup>lt;sup>69</sup> HELLAWELL, NICHOLAS, op. cit., (2012), pág. 1-10

<sup>&</sup>lt;sup>70</sup> FULMER, M., CONSTANTZ, B., et al., (2006), Composición de fosfato tricálcico reactivo y sus aplicaciones, M.Ponti, A., NORIAN CORPORATION, pág. 2

Para finalizar una preparación química y no permitir que el ácido continúe afectando al espécimen es necesaria la utilización de un neutralizante. En este caso el agua corriente actúa como base.

#### 4.2 Neutralización (agua)

Las neutralizaciones ocurren entre un ácido (ácido fórmico) y una base (agua), la reacción entre ellos hace que neutralicen sus propiedades mutuamente<sup>71</sup>. El ácido es definido como un donador de protones y las bases como un receptor. Un ácido débil como es el ácido fórmico en soluciones ioniza ligeramente, obteniendo un verdadero equilibrio entre el ácido y la base conjugada. Durante el proceso químico en la preparación, la reacción entre ambos con el intercambio de parejas de iones produce por lo general un hidróxido, dando como resultado sal y agua, por lo que se debe realizar un seguimiento de las muestras tras haberlas neutralizado para controlar así el posible crecimiento de sales.

#### 4.3 Paraloid B72

Como se mencionó anteriormente, en una preparación química, no todo el material queda expuesto a la acción del ácido. Las partes que quieren reservarse se protegen mediante la aplicación de una capa de Paraloid® B-72. Por este motivo, es necesario conocer mínimamente cuáles son las propiedades de este producto.

Se trata de un producto perteneciente a la familia de los polímeros sintéticos, desarrollados a mediados del s. XX. Los más utilizados como aglutinantes son los acrílicos y los vinílicos<sup>72</sup>.

Esta resina acrílica termoplástica, es un coopolímero de metacrilato de etilo y acrilato de metilo. Es conocida en el campo de restauración puesto que se le considera una de las resinas más estables, resiste bien el envejecimiento y la luz y no amarillea en exceso. Presenta gran resistencia mecánica y lo más importante de todo es su capacidad para ser reversible. La

<sup>&</sup>lt;sup>71</sup> Reacciones de neutralización. (2016) (1st ed., p. pág. 1). Disponible en: http://www.ibero.mx/campus/publicaciones/quimanal/pdf/5reaccionesneutralizacion.pdf

<sup>&</sup>lt;sup>72</sup> MATTEINI, M. (2001), *La química en la restauración: los materiales del arte pictórico*. Hondarribia: Nerea, p.135.

formulación del producto ha variado, así como su presentación y sus propiedades, el antiguo estaba formado por granos irregulares, mientras que el actual está hecho con perlas regulares y es soluble en etanol frío a diferencia del anterior. Se emplea en estado líquido y al secar forma una película sólida, dura y flexible<sup>73</sup>.

Dependiendo de la concentración con la cual se utilice puede ser utilizada tanto como adhesivo, consolidante, aglutinante en la reintegración o barniz final. El grado de concentración y el disolvente apropiado permitirán obtener una penetración y una consolidación suficientes en el fósil. Se presenta como una resina capaz disolverse con gran cantidad de productos<sup>74</sup>. Para ser más precisos, es soluble en tolueno, acetona y tricloroetano. Es diluible con xileno, shellsol A, isopropanol, alcohol, PM cellsolve y es insoluble en White Spirit<sup>75</sup>. Es conocido que no se disuelve bien con disolventes demasiado polares o apolares, con el diacetonalcohol, acetonas, metilcetona y etil acetato<sup>76</sup>.

Uno de los problemas que puede presentar su utilización es la retención de disolventes, cuando estos presentan una velocidad de evaporación lenta. La aparición de un exceso de brillo puede eliminarse mediante la aplicación de poca cantidad de tolueno o acetona. En el caso de aparición de velos, estos se pueden extraer mediante disolventes.

<sup>&</sup>lt;sup>73</sup> GÓMEZ, M. L. (1998), *La restauración. Examen científico aplicado a la conservación de obras de arte.* Cátedra. Madrid, Pág. 309-325

<sup>&</sup>lt;sup>74</sup> Resina acrílica Paraloid B 72. (2016). Barna-art.com. Visitado 24 mayo 2016, Disponible en: http://www.barna-art.com/lascaux-productos-de-conservacion/resina-acrilica-paraloid-b-72

<sup>75</sup> consolidantes paleontología. (2016) (1st ed., pp. 6-11). Disponible en: http://www.aragosaurus.com/secciones/docencia/tema/Master4-2\_Consolidantes.pdf

<sup>&</sup>lt;sup>76</sup> Grupo Español IIC. (2016). Ge-iic.com. Visitado 24 mayo 2016, Disponible en: http://ge-iic.com/index.php?option=com fichast&Itemid=83&tasko=viewo&task=view2&id=66

# 5. METODOLOGÍA

5.1 Introducción

Para obtener unos resultados válidos en la investigación, es necesaria la realización de un

estudio, en el cual se documente cada uno de los pasos dados, para así poder descartar errores

durante la preparación que invaliden el experimento y permitan a otros investigadores replicar

el proceso. Las consecuciones de estas pruebas nos darán respuesta a si el ácido fórmico es

perjudicial en superficie.

El primero de los procesos es la preparación mecánica de la primera muestra. La finalidad de

realizar este proceso es poder ofrecer al lector de esta investigación, un recorrido detallado de

cada una de las acciones realizadas. El material utilizado para dicha preparación es el habitual

en el ICP. A continuación, se realizará un análisis previo de la superficie mediante microscopía

estereoscópica, para seguidamente analizar las zonas seleccionadas con la ayuda de un

microscopio electrónico antes y después de la aplicación del ácido. Por último, el análisis por

microscopía estereoscópica se repetirá en las mismas zonas para visualizar cambios en

superficie. La realización de estos análisis, nos proporcionará información cualitativa sobre el

estado en el que se encuentra la superficie durante la consecución de las pruebas.

5.2 Muestras

Las muestras a analizar, fueron recogidas y preparadas para su transporte del yacimiento de Can

Mata (Hostalets de Pierola) al laboratorio de preparación, por paleontólogos del ICP.

5.2.1 Muestra 1 (costilla)

Número de registro: ACM 50614 + 50621 + 50622 + 50623 + 50621, de 1ª

La primera de ellas llegó al laboratorio en forma de momia<sup>77</sup> de pequeñas dimensiones.

La momia que envuelve los restos fósiles está realizada, de interior a exterior, por papel

de aluminio y cinta de embalaje. En el interior encontrábamos cinco paquetes los cuales

presentaban fragmentos fósiles rodeados de su matriz y sedimento. La pieza

correspondía a la costilla de un rinoceronte. Como todo lo encontrado en el yacimiento,

<sup>77</sup> Definición de "Momia" en el apartado 13. Glosario, pág. 131

38

corresponde a la edad geológica del Mioceno. El sedimento con la aplicación de humedad es arcilloso de un color marrón rojizo. Las partes duras de la matriz presentan una dureza media-alta lo cual dificulta su extracción con bisturí.

#### 5.2.2 Muestra 2 (diente)

Número de registro: ACM 49820

La segunda muestra se encontraba, ya preparada para realizar el análisis, en el interior de una bolsa con cierre Zip. Esta muestra estaba formada por el "diente 1" y el "diente 2". Se trataba de distintos fragmentos de dientes de la mandíbula de un *Deinotherium Sp.* (protoelefante datado desde el Mioceno Medio hasta el Pleistoceno Inferior).

#### 5.3 Descripción de la muestra 2 (diente) a analizar

La muestra 2 "diente 1", está formada por varios fragmentos unidos mediante pegamento imedio®. Mide aproximadamente unos 8 cm. Toda la superficie se encuentra recubierta por varias capas de Paraloid® B-72 lo cual le confieren un brillo muy marcado. Podemos observar la diferenciación de tres claras zonas:



Figura 6, general muestra 2 "diente 1"

- La primera de ellas es el esmalte. De un color grisáceo, con pequeñas marcas blancas de pocos centímetros producto de arañazos. Presenta una superficie lisa al tacto. Lo podemos encontrar en más de un 40% de la superficie visible. El grosor de esta capa oscila entre 0,4 y 0,6 cm. La dureza es alta, presenta pequeños restos de sedimento adheridos mediante Paraloid® B-72 en la zona de la unión entre los distintos fragmentos.
- La segunda zona es el esmalte desgastado. Lo podemos encontrar en las zonas exteriores de la muestra y por las zonas de unión entre los fragmentos. Debido al sedimento adherido en superficie, presenta una tonalidad marrón. Su superficie es

- rugosa debido al desgaste. La dureza es alta. Las zonas de esmalte desgastado no penetran para el interior más de 1mm.
- La tercera zona es el interior del diente. De un color blanco, lo encontramos en más del 50% de la superficie visible. Al tratarse del interior del diente, el grosor de esta capa es de varios centímetros, sin poderlo precisar exactamente. Adherido en la superficie, encontramos restos de sedimento, el cual proporciona a gran parte de esta zona un color marrón. Su dureza es alta al igual que las otras zonas.

La muestra 2 "diente 2", corresponde a un pequeño fragmento de unos 2,5 cm aproximadamente y procede de la zona de la raíz del diente. Es de un color blanco, su superficie es rugosa debido a la erosión sufrida y su dureza es alta. En la superficie podemos encontrar grandes zonas de sedimento, las mayores presentan un color grisáceo, mientras que las pequeñas son de una tonalidad marrón.



Figura 7, general muestra 2 "diente 2"

La muestra se encuentra consolidada con Paraloid® B-72, aunque no se observan zonas de brillo marcado.

En estas muestras la finalidad de nuestro trabajo es intentar observar cómo afecta el ácido a la raíz y a la dentina pese a que es imposible realizar ningún tipo de prueba sin consolidante superficial.

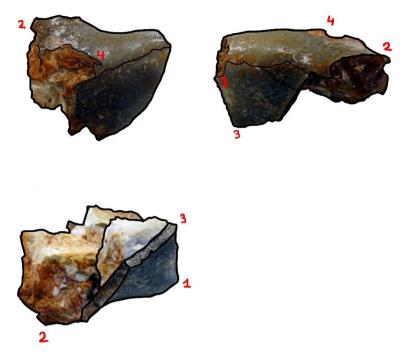


Figura 8, distintas vistas de la muestra 2 "diente 1"

(Los números marcan la correspondencia en los distintos planos de visión)

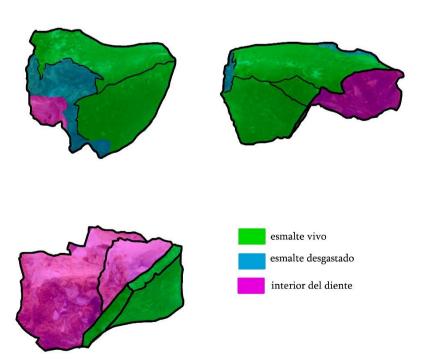


Figura 9, caracterización de zonas muestra 2 "diente 1"

(Los colores marcan las diferentes superficies presentes en la muestra)

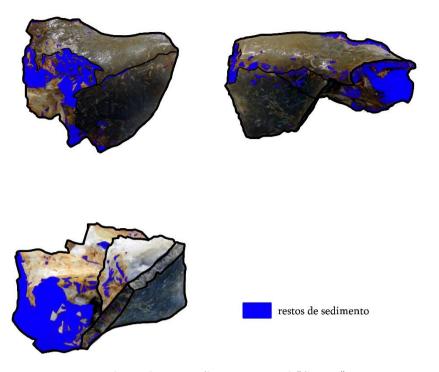


Figura 10, mapa sedimento muestra 2 "diente 1"

(El color marca las zonas en las que encontramos restos de sedimento en superficie)

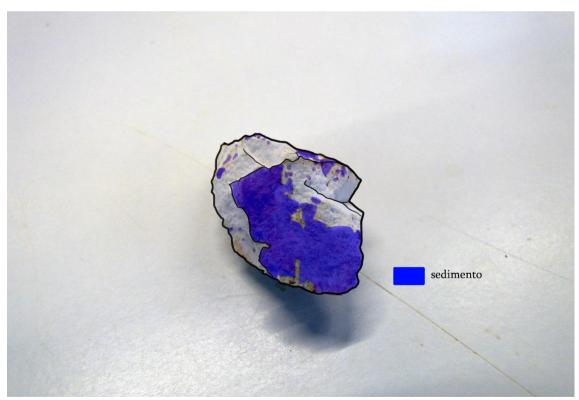


Figura 11, mapa sedimento muestra 2 "diente 2"

(El color marca las zonas en las que encontramos restos de sedimento en superficie)

# 5.4 Procedimiento Preparación mecánica de la muestra 1 (costilla)

En el siguiente apartado, se detalla paso a paso el proceso efectuado para la preparación de la muestra por medios mecánicos.

#### 5.4.1 Material

Durante la preparación de la muestra se utilizó el siguiente material:

- Acetona
- Agua destilada
- Algodón
- Bisturí número 3
- Brocha
- Hoja de bisturí número 10
- Nitrato de celulosa (imedio®)
- Paraloid® B-72 al 5% en acetona
- Percutor neumático
- Pincel nº10



Figura 12, proceso preparación muestra 1

# Material de protección del Preparador:

- Bata de laboratorio
- Gafas de protección
- Guantes de látex
- Mascarilla de polvo

#### 5.4.2 Preparación muestra 1 (costilla)

Procedimos a abrir la momia con la ayuda de un bisturí, realizando un corte transversal en su eje central y liberando la parte superior. En el interior encontramos cinco paquetes de distintos tamaños envueltos en papel de aluminio, los cuales protegían el material de posibles golpes o pérdidas de material.

#### 5.4.2.1.1 Preparación primer paquete

El primero de ellos presentaba cuatro fragmentos, los cuales fueron preparados con la ayuda de un bisturí número 3 y hojas número 10 y 15. El sedimento y la matriz que envolvían el fósil presentaban una dureza media, teniendo que humectar el sedimento sin llegar al fósil mediante la utilización de un pincel número 10 y agua destilada. La preparación de estos fue realizada por un único preparador en un tiempo de 3 horas.

#### 5.4.2.1.2 Preparación segundo paquete

El segundo paquete contenía un bloque de sedimento de un kilogramo, en el cual encontrábamos dos pequeños fragmentos de costilla de alrededor de dos centímetros cada uno de ellos, unidos fuertemente a la matriz y al sedimento.

Para su extracción, se procedió a liberar de sedimento los límites de cada uno de los fragmentos de fósil con la ayuda de un bisturí con la hoja número 10 y 15 por su pequeño tamaño. Debido a la dureza de la matriz, estos límites sedimentarios tuvieron que ser humectados levemente con agua destilada mediante un pincel, facilitando así su retirada. El segundo de los fragmentos se encontraba dividido en dos partes, por lo que, al ser liberado, los puntos de unión que presentaban entre sí, se prepararon, eliminando sedimento y matriz con bisturí y acetona. Posteriormente, se le aplicó una capa de Paraloid® B-72 al 5% en acetona como capa reversible y se unió con pegamento imedio®. Este segundo paquete fue preparado por un solo preparador en un tiempo de 3 horas.

#### 5.4.2.1.3 Preparación tercer paquete

El tercero de los paquetes contenía en su interior un gran número de fragmentos de distintos tamaños, los cuales presentaban restos de matriz adheridas al fósil. Los restos de matriz fueron retirados manualmente con la ayuda de un bisturí. Posteriormente, se intentó encontrar la posible unión de cada uno de ellos, logrando únicamente la unión de dos de ellos.

Estos dos fragmentos que fueron unidos, presentaban al descubierto la mitad de la costilla fosilizada (fractura longitudinal), encontrándose unión entre ellas. A ambas partes se les retiraron los restos de polvo superficial suavemente mediante una brocha. No presentaban concreciones en superficie, por lo que se consolidaron con Paraloid® B-72 al 5% en acetona con la ayuda de un pincel número 10, para que en algún momento si era



Figura 13, fragmentos procedentes de uno de los paquetes de la muestra 1

necesario, pudiera ser retirado. Posteriormente se les aplicó pegamento imedio®, encajándose ambas partes, formando una esfera de sedimento la cual presentaba en su interior las dos mitades del fósil. Para evitar movimiento, durante el secado, fue sujetado con cinta adhesiva. Una vez seco, el sedimento fue rebajado desde la parte superior con la ayuda de un bisturí y humedeciendo el sedimento. En los lugares en los que la matriz presentaba concreciones fue necesaria la acción del percutor. Al llegar al nivel del fósil, cada vez que un nuevo fragmento quedaba al descubierto, este se consolidaba de inmediato debido a su debilidad. Durante el proceso, debido a la vibración del percutor, el fósil se fragmentó en varias ocasiones teniendo que volverse a adherir con pegamento Imedio®.

Se decidieron pegar ambas partes en vez de prepararlas por separado para que los bordes de unión de ambas mitades (zonas que pueden perderse con facilidad), permanecieran y así su unión fuera completa. De este modo, el fósil obtenía mayor solidez, siendo más probable una preparación exitosa.

Este fragmento fue preparado por un único preparador en un tiempo de 10 horas.

#### 5.4.2.1.4 Preparación cuarto paquete

El cuarto de los paquetes contenía tres fragmentos, uno de los cuales presentaba el mejor estado de conservación de todos los fragmentos. Por ello se decidió utilizarlo para el análisis, siendo su preparación distinta para obtener resultados en los estudios realizados. Preparación descrita en el punto 5.5.

El mayor de los fragmentos contenía varias partes del fósil. Una de ellas bastante bien conservada, las otras eran



Figura 14, proceso de preparación de uno de los fragmentos de

pequeñas partes o capas superficiales del fósil difícil de extraer de una sola pieza. La matriz que los envolvía presentaba una dureza alta, por este motivo fue liberado el fósil con la ayuda de un percutor. Al tratarse de una roca de grandes dimensiones (30x15 cm), se decidió rebajar el tamaño del fragmento por el reverso para hacer de la pieza una muestra más manejable. Durante la liberación del fósil, la vibración provocó fisuras en el fósil las cuales fueron consolidadas con Paraloid® B-72 al 5% en acetona. Cada vez que se liberaba una nueva parte, esta, se consolidaba con Paraloid® B-72 al 5% en acetona aplicado mediante pincel número 10, para otorgarle mayor rigidez y poder trabajar sin miedo a posibles roturas.

El fósil fue delimitado conservándose parte del sedimento para otorgarle mayor estabilidad y evitar así posibles roturas. Durante el desgastado de la matriz, se encontró en el interior otro fragmento fósil, el cual dificultaba la extracción que se estaba realizando en ese momento. Este nuevo fósil, partía en perpendicular de la parte central, fracturando el primero de ellos en dos mitades. A causa de este nuevo fósil y de las vibraciones producidas por el percutor, el fósil que se encontraba en proceso de delimitado para su extracción se fracturó, fragmentándose en cuatro trozos.

Una vez todas las partes fueron separadas, se procedió a adherir los fragmentos basándonos la forma del fósil y a la del sedimento.

Con la ayuda del percutor a baja presión se desgastó la matriz para preparar el fósil. Aun con todas las precauciones, el fósil fue fragmentándose por múltiples lugares. Por lo que se tuvo que adherir numerosos fragmentos y aplicar varias capas de Paraloid® B-72 para consolidarlo. El

interior del fósil en preparación, era hueco. En su interior presentaba restos de sedimento, por lo que la matriz que se encontraba en su interior no se eliminó, ya que podía suponer un peligro para la integridad del fósil.

El delimitado de los fósiles restantes, mediante la eliminación de sedimentos con percutor a baja frecuencia y bisturí, continuó en días posteriores. Debido al grosor del fósil, poco más de dos milímetros, este se extrajo con un revestimiento de matriz que le otorgaba mayor rigidez, ya que cualquier intento por extraerlo preparado sin sedimento podía provocar roturas. Durante el proceso, debido a las múltiples vibraciones del percutor, el fósil se fragmentó por las zonas más débiles. Gracias a la aparición de una fisura que separaba el fósil de la matriz en la parte inferior, pudo separarse y prepararse el fósil prescindiendo de la matriz.

Incidiendo en un ángulo de 45° por todo el contorno, se consiguió separar el fósil de la matriz, no sin antes encontrar que, bajo este, cruzaba por la parte inferior en perpendicular un nuevo fragmento de fósil. El fósil se separó en su totalidad, permaneciendo únicamente un pequeño fragmento de no más de un centímetro el cual fue posteriormente adherido. Al



Figura 15, proceso de liberación de un fragmento de la muestra 1

quedar liberado, fue consolidado por ambos lados para una posterior retirada de los fragmentos de sedimento aun adheridos al fósil de forma superficial. Una vez a salvo el fósil, se procedió a empezar a liberar el fragmento que se encontraba a un nivel inferior. El sedimento que lo rodeaba no presentaba una dureza tan elevada como en estratos superiores. Debido a las vibraciones del percutor, el extremo del fósil se separó, adhiriéndose posteriormente tras su liberación. Al quedar la superficie al descubierto fue consolidada con Paraloid® B-72 al 5% en acetona.



Figura 16, fósiles preparados de uno de los paquetes de la muestra 1

Los fragmentos que fueron extraídos de su matriz, fueron revisados uno a uno, acabando de retirar las concreciones y restos de sedimento.

Con la ayuda de un algodón impregnado en acetona se retiraron las capas de Paraloid® B-72 de cada uno de los fragmentos y se les realizó una limpieza más exhaustiva. Con la ayuda de un bisturí, se acabó de retirar el sedimento superficial. Una vez limpios de

sedimento, con la ayuda de unas pinzas, fueron introduciéndose uno a uno en el interior de un recipiente con Paraloid® B-72 al 5% durante un par de segundos, dejándolos secar posteriormente. De esta forma se consiguió una capa, la cual penetró más hacia el interior que si se hubiera aplicado mediante pincel, otorgándole mayor rigidez y creando una capa más homogénea. Uno de los fragmentos presentaba en uno de los extremos una concreción la cual dificultaba su extracción por medio de bisturí, por lo que se tuvo que proceder a retirarlo mediante percutor. Una vez secos y preparados, los restos fueron depositados en el interior de una caja de metacrilato transparente con su número de registro.

Entre los pequeños fragmentos pertenecientes a uno de los paquetes se encontraron restos de esmalte procedente de otro fósil, por lo que estos fueron reunidos y almacenados en una caja de metacrilato aparte.

La preparación fue realizada en un tiempo de 15 horas por un único preparador.



Figura 17, restos de esmalte encontrados en uno de los paquetes de la muestra 1

#### 5.4.2.1.5 Preparación quinto paquete

El quinto paquete presentaba pequeños fragmentos de sedimento en los cuales se encontraban pequeñas partes fósiles de pequeño grosor que en su interior también tenían restos de sedimento. El grosor del fósil en estos fragmentos era tan escaso, que la menor vibración realizada con el percutor causaba la rotura del fósil en múltiples fragmentos. La matriz que envolvía el fósil presentaba mayor dureza que el propio fósil, por lo que prepararlo mediante bisturí resultaba arduo. Al final, se decidió rebajar el volumen de matriz al máximo por el reverso y dejarle una reserva de sedimento para que garantizara su integridad. La liberación se realizó rodeándolo y rebajándolo en un ángulo de 45º en el mismo plano. La vibración del percutor provocó que se separaran láminas del fósil, por lo que la única manera de intervenir era, dándole una capa de Paraloid® B-72 al 5% en acetona al fósil y rebajar el nivel de sedimento por el reverso. La preparación fue realizada en un tiempo de 3 horas por un único preparador.

Con la finalización del proceso, fueron preparados 57 fragmentos, cuyas dimensiones oscilaban desde los 13 cm hasta los 0,5 cm.



Figura 18, imagen general de todos los fragmentos preparados provenientes de la muestra 1

#### 5.5 Fragmento a analizar proveniente del cuarto paquete

# 5.5.1 Descripción

El fragmento a analizar es de unos 10 cm aproximadamente, pertenece a una parte de la costilla de un rinoceronte del mioceno. La muestra se encuentra en algunas zonas con bastante erosión superficial, aunque encontramos partes en las que se aprecia con detalle la morfología de la superficie original. La tonalidad varía según la zona, oscilando de blancos a rojizos. Se observan grietas las cuales mantienen unido al fósil



Figura 19, general de la muestra fósil a analizar durante su preparación

mediante sedimento compactado en su interior. En superficie encontramos restos de sedimento de un color marrón grisáceo y de una consistencia media/baja. La matriz que envuelve al fósil es de mayor dureza que la que presenta el propio fósil, por lo que se debe prestar especial atención a los puntos débiles del fósil por los que se puede fragmentar, como son grietas o zonas con un grosor menor, durante su preparación.

#### 5.5.2 Preparación

Las zonas a investigar se delimitaron previamente mediante lápiz de grafito sobre el sedimento, dividiéndolo en cuatro partes. En la cuarta parte se decidió preservar el sedimento sin retirar. Poco a poco y teniendo especial atención al estrés que se le producía al fósil, el sedimento fue rebajándose mediante percutor. Las dimensiones del fragmento se redujeron al mínimo.

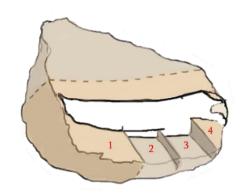


Figura 20, mapa definición de los espacios

Para evitar fracturas, por la parte inferior del fósil se eliminó la matriz en ángulo de 45º por ambos (Los números marcan la división previa de las zonas sobre sedimento)

lados para facilitar la extracción. Durante el proceso se evitaron las zonas de unión del fósil para evitar roturas. La parte con sedimento fue rebajada en forma de bisel para evitar la rotura con un percutor.

Se decidió realizar el estudio a partir de este fragmento debido a que era el que presentaba una mayor rigidez en proporción a su tamaño y por presentar matriz en el propio fósil. Se descartaron los otros fragmentos debido a la fragilidad de los mismos y a que algunos carecían de matriz en la cual realizar las pruebas. Una vez rebajado por ambos lados, se decidió extraer el fósil de la matriz, dejando unos fragmentos de matriz en la zona 4 para



Figura 21 general de la muestra fósil a analizar ya preparada

realizar la prueba. La preparación de la muestra fue llevada a cabo por un preparador en un tiempo de 6 horas.

#### 5.5.3 Delimitación de las zonas

Una vez el fósil se encontraba preparado, se procedió a delimitar las zonas definitivamente con la ayuda de un lápiz

- La primera zona (fucsia), se decidió consolidarla con una capa de Paraloid® B-72 al 5% en acetona, tanto el sedimento que se encontraba en superficie como el fósil. (Figuras 23 y 24).
- La segunda zona (cian), tanto el sedimento superficial como la superficie del fósil se dejaron sin capa de consolidación. (Figuras 23 y 24).



Figura 22, general de la muestra fósil a analizar tras la división de las zonas

- La tercera zona (verde), fue preparada, retirándole el sedimento superficial mediante bisturí y sin capa de consolidación. (Figuras 23 y 24).
- La cuarta zona (amarillo) fue preparada, retirándole el exceso de sedimento superficial mediante bisturí, para posteriormente consolidar la zona con una capa de Paraloid® B-72 al 5% en acetona. (Figuras 23 y 24).
- La quinta (naranja) y la sexta zona (lila), pertenecen al sedimento que se decidió conservar. La quinta zona (naranja) fue consolidada mediante una capa de Paraloid® B-72 al 5% en acetona y la sexta zona (lila) se dejó sin capa consolidante.

El interés de cada una de las zonas es el conocer las diferentes respuestas que proporciona el ácido fórmico dependiendo de la forma en la que haya sido preparada la muestra. Así se podrá conocer si el efecto en superficie es el mismo con o sin capa de preparación o si el ácido es capaz de eliminar el sedimento con o sin capa de preparación, pudiendo comparar los resultados con las respuestas ofrecidas en las zonas en las que solamente se encuentra el sedimento.

Para garantizar el éxito de la investigación, antes de comenzar los distintos análisis es necesario aclarar el orden con el cual se realizaran los distintos procesos y las zonas a analizar de cada uno de ellos para así economizar tiempo y a su vez evitar pérdidas de información por una mala gestión<sup>78</sup>.

-

<sup>&</sup>lt;sup>78</sup> Tabla del orden de la realización de los distintos procesos situada en el apartado 14. Anexo.

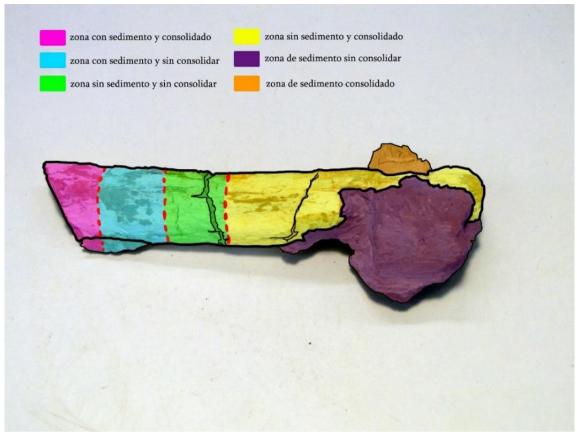


Figura 23, mapa definición de las zonas de la muestra fósil a analizar

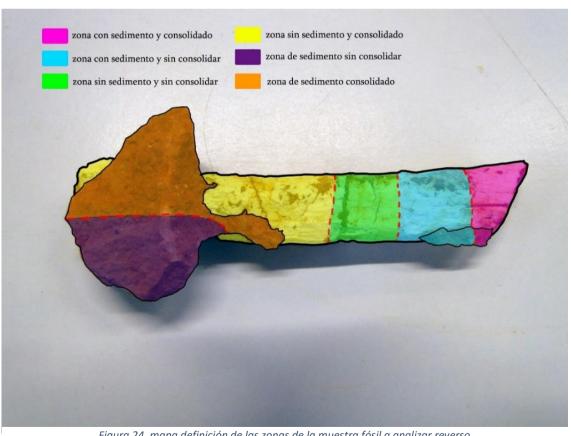


Figura 24, mapa definición de las zonas de la muestra fósil a analizar reverso

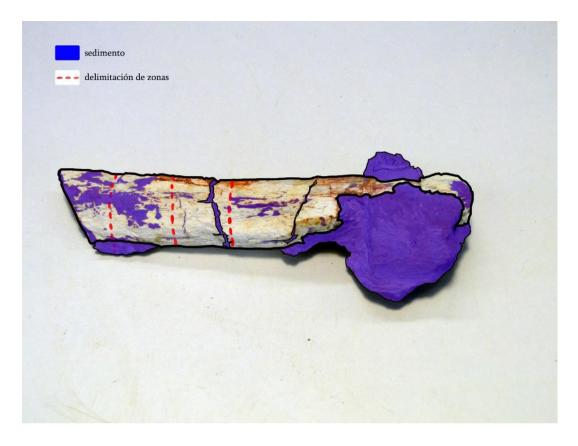


Figura 25, mapa de las zonas de sedimento de la muestra fósil a analizar

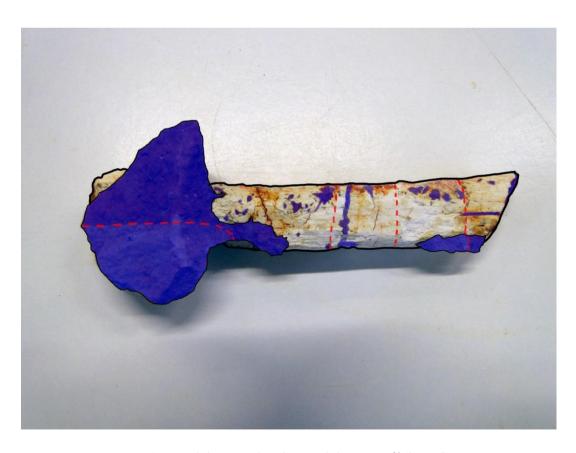


Figura 26, mapa de las zonas de sedimento de la muestra fósil a analizar reverso

# 5.6 Preparación de la solución tampón formada por ácido fórmico más fosfato de tricalcio

La preparación del ácido es un paso fundamental para alcanzar los objetivos fijados. Cualquier variabilidad en la proporción, de acuerdo a lo acordado previamente, puede alterar los resultados significativamente. Por este motivo, el siguiente proceso viene documentado paso a paso, descartando así alteraciones en el proceso y permitiendo su replicabilidad. Los parámetros utilizados, son los habituales en el ICP para la preparación de material paleontológico.

#### 5.6.1 Material

- Ácido fórmico al 85%
- Agitador magnético
- Agua destilada
- Báscula electrónica
- Bote de cristal con tapa
- Campana extractora
- Cucharilla
- Delantal de vinilo
- Fosfato de tricalcio
- Guantes de vinilo
- Guantes de látex
- Pipeta
- Tiras de pH, MERCK®
- Vara de cristal
- Vaso de medición de 200 ml
- Vaso de medición de 50 ml



Figura 27, proceso preparación ácido

#### 5.6.2 Procedimiento

Se deposita un vaso de precipitado de 200 ml sobre la báscula electrónica, para posteriormente verter 100 ml de agua destilada en su interior utilizando para ser precisos una pipeta. En otro vaso de precipitado de menor tamaño 50 ml se pesan 5 ml de ácido fórmico al 85%.

Una vez pesados ambos componentes se procede a verter el contenido del ácido en el interior del vaso con agua corriente. Con la ayuda de una vara de cristal removemos para que ambos componentes se mezclen.



Figura 28, agitador magnético

Una vez mezclados, con la ayuda de una tira de pH se mide el pH, obteniendo un resultado de 2,5.

Sobre la solución se añaden 8 gramos de fosfato de tricalcio. La proporción de este en la solución viene dada por el nivel de aceptación de saturación. Saturando la solución se consigue desactivar el poder del ácido sobre el calcio que presenta el fósil. Con la ayuda de un agitador

magnético mezclamos nuestra solución tampón.

Una vez mezclado y saturado volvemos a medir con las tiras de pH su pH. El resultado es un pH de 3. Esta solución se deposita en el interior de un frasco con tapa hasta su utilización.



Figura 29, tiras de pH MERCK®

# 6. Análisis microscopía estereoscópica antes del ácido

#### 6.1 Introducción

El estudio bajo el microscopio estereoscópico de fluorescencia manual nos permite obtener información sobre la caracterización y morfología de la muestra. Gracias a su sistema óptico, permite la observación de detalles de la muestra con aumentos los cuales serían imposibles de ver a simple vista, zoom (16:1), resolución de hasta 840 Lp/mm y 115x. A través de su lupa binocular nos ofrece imágenes en 3D, las cuales son más cercanas a la realidad. Se trata de un examen el cual no es destructivo para la muestra y que además no necesita preparación previa para obtener resultados.



16 A

La realización de este análisis previo, tiene como Figura 30, microscopio estereoscópico Leica® MZ finalidad el seleccionar las zonas que

posteriormente serán analizadas y a su vez conocer cómo se encuentra la superficie de cada una de estas, antes del proceso que se llevará a cabo. La definición de imagen es el límite del análisis, por lo que los resultados serán comparativos durante el desarrollo del proceso, obteniendo así resultados cualitativos sobre el estado de la superficie.

# 6.2 Material utilizado

- Microscopio estereoscópico Leica® MZ 16 A con óptica ocular 10x/21 B (10x)
- ordenador con monitor para visualizar las imágenes
- cera, para fijar las muestras
- caja de metacrilato como porta objetos

#### 6.3 Preparación de la muestra

La muestra fue extraída del interior de la caja de metacrilato, depositándose en la bandeja perteneciente al microscopio estereoscópico sin realizar ninguna preparación previa.

#### 6.4 Procedimiento

#### 6.4.1 Muestra 1 (costilla)

Con la ayuda del microscopio estereoscópico Leica® MZ 16 A, se realizaron distintas fotografías de las muestras tanto en general como en detalle, de aquellas zonas que presentaban cierto interés para estudiar. La luz utilizada para realizar las fotografías fue luz rasante, ya que el interés principal se encontraba en analizar en profundidad la superficie, siendo esta luz la que ofrecía más información.



Figura 31, proceso de captura de imágenes mediante microscopio estereoscópico

Para realizar las fotografías se ejecutó el programa *Leica application suite*, el cual presentaba una interfaz intuitiva y de fácil manejo para realizar el trabajo. Los parámetros utilizados fueron los configurados de serie, la información relacionada con los parámetros establecidos se encuentra en un archivo adjunto a cada fotografía.

Una vez decidida la zona, el zoom y el enfoque mediante las distintas ruedas que presenta el microscopio, se presionó el botón de la aplicación "capturar imagen". Posteriormente se le añadió la referencia en milímetros. Para finalizar, fusionamos la referencia a la fotografía para crear un archivo único y lo almacenamos en la carpeta seleccionada.

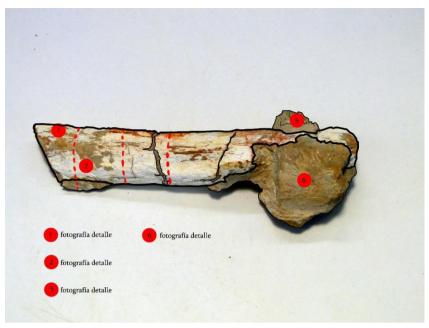


Figura 32, mapa zonas fotografías detalle muestra 1

En la primera zona (con sedimento y consolidado) se realizaron dos tomas, una en general y otra en detalle de la misma zona pero con mayor aumento. El interés en esta zona se centró en conocer cómo actúa el ácido en una zona con sedimento

consolidado.

En la segunda zona (con sedimento y sin consolidar) se realizaron dos capturas, una en general y dos en detalle. El primer detalle muestra una zona con sedimento y superficie de fósil desgastado y la segunda, presenta sedimento sobre superficie de fósil sin erosionar. El interés de esta zona era comparativa con la primera, el objetivo era conocer la respuesta de dos zonas iguales con tratamientos diferentes.

La tercera zona (sin sedimento y sin consolidar) presentaba una superficie muy erosionada por lo que se creyó conveniente encontrar una zona menos alterada, realizando las capturas en detalle en una zona de la parte posterior. El interés principal residía en comprobar el daño superficial del ácido en una zona que no presentaba alteraciones previas, observándose los

relieves propios de la superficie de un fósil.

En la cuarta zona (sin sedimento y consolidado) se realizaron dos fotografías una general y un detalle. El interés de esta zona fue comparativo con la tercera zona, ambas presentaban superficies sin erosionar, pero esta se



Figura 33, mapa zonas fotografías detalle muestra 1, reverso

encontraba consolidada. El objetivo era conocer si el consolidante era capaz de proteger en su totalidad la integridad del fósil.

En la quinta y sexta zona (sedimentos con y sin consolidar) se realizaron dos fotografías generales y dos detalles de la zona con y sin consolidar. El objetivo de esta zona era el de conocer el poder de acción del ácido sobre la superficie en la que estaba destinado actuar y como un consolidante puede frenar el efecto.

#### Muestra 2 (diente)

La muestra diente fue fotografiada en la zona del esmalte vivo consolidado, de forma general para conocer el efecto del ácido sobre esta superficie, al tratarse de una zona con uniones de fragmentos, era posible que el ácido pudiera penetrar por alguno de sus puntos débiles.

La segunda zona (esmalte desgastado con sedimento consolidado) fue fotografiada de forma general para conocer la reacción diferencial por ácido sobre esmalte vivo y desgastado.

La tercera zona (interior del diente) fue fotografiada de forma general, con el mismo fin que las anteriores, conocer si existía una diferente respuesta debido a los componentes de la zona.

La cuarta zona (raíz con sedimento consolidado) fue fotografiada de forma general para conocer el efecto del ácido.

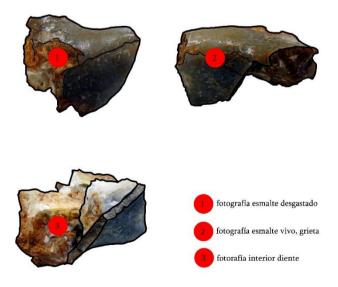


Figura 34, mapa zonas fotografías detalle muestra 2 "diente 1"

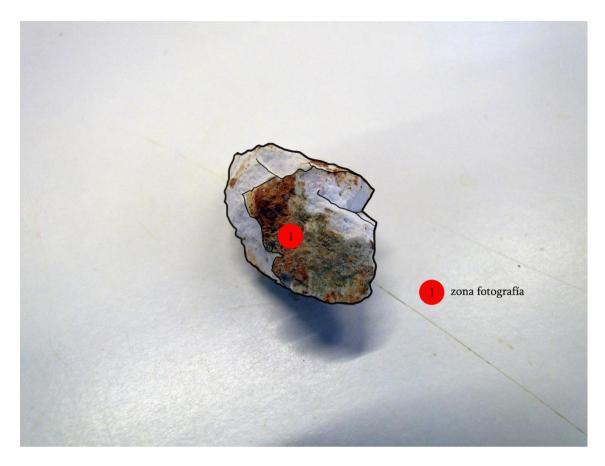


Figura 35, mapa zonas fotografías detalle muestra 2 "diente 2"

#### 6.5 Resultados Muestra 1 (costilla)

En la zona 1 (con sedimento y consolidado), Imágenes **36** y **37**, observamos una superficie fósil muy erosionada. Esta superficie presenta un color blanco en las zonas limpias de sedimento con un leve tono rojizo, producto posiblemente de una capa fina de restos de sedimento. Sobre la superficie podemos encontrar una acumulación de sedimentos con un grosor en su punto mayor de 0,5 mm. La granulometría es diversa, mayoritariamente las partículas son diminutas, del orden de micrómetros, aunque distinguimos otra variedad de partícula de una tonalidad gris oscura/negra de unos 0,3mm. La capa consolidante que presenta la zona 1, le ha conferido al sedimento en algunas zonas un brillo excesivo, pudiéndose percibir a simple vista un exceso de producto en algunas zonas.

La zona 2 (con sedimento y sin consolidar), Imágenes 38 y 39, ofrecen una superficie al igual que la anterior muy erosionada. En las zonas más erosionadas, partes inferior y superior, la limpieza presente de las zonas, permiten que se evidencie el color blanco de la muestra fósil y el relieve propio debido a la erosión. En la parte superior derecha, Imagen 38, podemos atisbar como la superficie sin alterar del fósil presenta una tonalidad rojiza. En la parte central encontramos una acumulación de sedimentos. Al igual que en la zona anterior, la granulometría es diversa, mayoritariamente las partículas son diminutas del orden de micrómetros, aunque encontramos otra variedad de partícula de una tonalidad gris oscura/negra de unos 0,3mm. Debido a que esta zona se encuentra sin capa de consolidación, la tonalidad del sedimento es un gris amarronado.

La zona 3 (sin sedimento y sin consolidar), Imágenes **40** y **41**, corresponden al reverso de la muestra. En ellas podemos observar las líneas horizontales propias de una superficie fósil la cual no ha sufrido la mínima alteración posible. En el interior de estas franjas, encontramos restos de sedimento. Esta pequeña zona, la encontramos rodeada de grandes grietas las cuales pueden fragmentarse en cualquier momento y zonas que han sufrido pérdidas de material. La superficie es blanca, con restos de sedimento superficial los cuales tiñen de marrón partes de la superficie. En la parte superior podemos encontrar superficie fósil con una tonalidad rojiza.

La zona 4 (sin sedimento y consolidado), Imágenes **42** y **43**, corresponden al reverso del fósil. Podemos apreciar claramente tanto las líneas horizontales características de la superficie, como la tonalidad rojiza que a veces presenta. Sobre la superficie limpia de sedimento podemos evidenciar el brillo producido por una capa de Paraloid® B-72 al 5% en acetona. La zona por lo

general presenta un buen estado de conservación, aunque se puede ver una grieta en la parte derecha la cual puede poner en riesgo la integridad de la muestra.

La zona 5 (sedimento consolidado), Imágenes **44** y **45**, presentan sedimento consolidado. Se puede apreciar claramente el brillo producido. Encontramos partes en las cuales la capa presenta mayor refracción. La tonalidad es más oscura que sin la capa de Paraloid® B-72 al 5%. La granulometría es homogénea pudiendo distinguir los restos de carbón del marcado previo a lápiz.

La zona 6 (sedimento sin consolidar), imágenes **46** y **47** pertenecen a una zona de sedimento sin consolidar. La granulometría es homogénea y la tonalidad es de un gris claro. Podemos atisbar las marcas producidas por el percutor.

### 6.6 Resultados Muestra 2 (diente)

Zona 1 (esmalte desgastado) imagen **48**, podemos observar como el esmalte de tonalidad grisácea y superficie pulida, ha sido desgastada creando una superficie irregular de una tonalidad marrón. Esta tonalidad, es producto de los restos de sedimento que han sido consolidados junto con el resto de la muestra con capas de Paraloid® B-72. Este desgaste se encuentra en los márgenes de la muestra, a su derecha se aprecia una grieta de menos de 0,5 mm de ancho.

La zona 2 (interior del diente) imagen **49**, divisamos una superficie irregular, en la que se pueden diferenciar zonas de diente con una tonalidad blanca y zonas de sedimento de una tonalidad rojiza. La superficie se encuentra muy erosionada, debido a esto, encontramos presente una capa consolidante gruesa, la cual le confiere a la zona unos marcados brillos. Si analizamos la parte derecha, podremos intuir burbujas en la superficie, las cuales pueden ser tanto de Paraloid® B-72 como de pegamento imedio®, ya que esta zona es la unión de varios fragmentos.

La zona 3 (esmalte vivo) imagen **50**, ofrece una superficie lisa de una tonalidad grisácea. En la imagen podemos ver una grieta la cual ha sido adherida probablemente con pegamento imedio<sup>®</sup>. En su interior, se atisban burbujas solidificadas del mismo material. La superficie presenta un brillo bastante marcado producto de las capas de Paraloid<sup>®</sup> B-72 que se le han aplicado. Alrededor de la grieta podemos encontrar restos de sedimento, los cuales presentan una tonalidad más clara de lo que suele observarse cuando se le aplica una consolidación, posiblemente se encuentren sobre la superficie consolidada.

La zona 4 (raíz del diente) percibimos una superficie uniforme de restos de sedimento. Las tonalidades de estos sedimentos no corresponden a una capa consolidada, ni la muestra en si presenta esos brillos. La superficie libre de sedimento presenta una tonalidad blanca.

# 6.7 Resultados fotográficos

# 6.7.1 Muestra 1 (costilla)

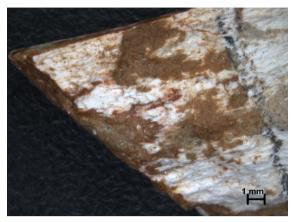


Figura 36, general zona 1 consolidada

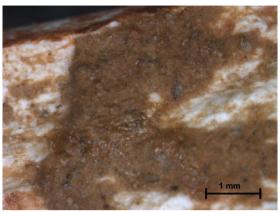


Figura 37, detalle sedimento consolidado zona 1



Figura 38, general zona 2 sin consolidar

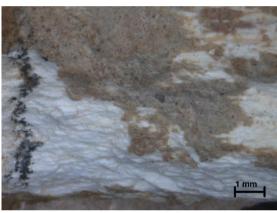


Figura 39, detalle sedimento y fósil zona 2



Figura 40, general zona 3 reverso sin sedimento y sin consolidar

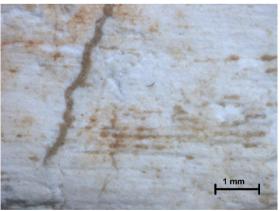


Figura 41, detalle zona 3 reverso morfología de la superficie



Figura 42, general zona 4 reverso sin sedimento y consolidado

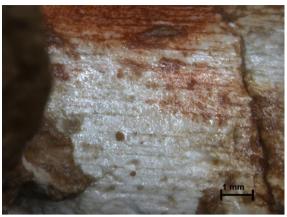


Figura 43, detalle zona 4 reverso morfología de la superficie



Figura 44, general zona 5 sedimento consolidado

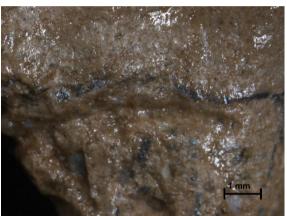


Figura 45, detalle zona 5 sedimento consolidado



Figura 46, general zona 6 sedimento sin consolidar



Figura 47, detalle zona 6

# 6.7.2 Muestra 2 (diente)



Figura 48, general esmalte desgastado

Figura 49, general interior del diente

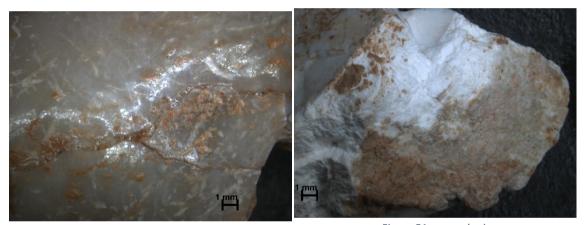


Figura 50, general esmalte vivo

Figura 51, general raiz

# 7. Análisis microscopía electrónica de barrido

#### 7.1 Introducción

Esta técnica se basa en el mismo principio que presenta la microscopía óptica, un haz de luz incide sobre la muestra obteniendo así los resultados. En este caso el haz de luz de la microscopía óptica es sustituido por un haz de electrones el cual recorre la muestra realizando un barrido. El campo magnético



Figura 52, Laboratorio microscopía electrónica

presente en el microscopio permite enfocar los rayos catódicos (electrones) proporcionando la imagen. A medida que barre la muestra, la imagen resultante aparece en el monitor. Éste, es capaz de obtener una resolución mucho mayor que mediante la microscopia óptica, obteniendo imágenes con mayor tridimensionalidad. La resolución es mil veces mayor que mediante microscopio óptico.

Gracias a este microscopio podemos obtener información sobre la caracterización morfológica, estructural y de composición de superficies sólidas mediante imágenes con diferente grado de resolución<sup>79</sup>. De gran utilidad para el seguimiento morfológico de procesos y su aplicación en el control de calidad de productos de uso y consumo.

Al tratarse de fragmentos transportables podemos decir que se trata de un análisis no destructivo. La preparación de muestras es relativamente sencilla, ya que la muestra en cuestión se deposita en la bandeja que penetra en el interior del microscopio<sup>80</sup>.

<sup>&</sup>lt;sup>79</sup>Universidad Autónoma de Madrid. (2016). Uam.es. Visitada el 31 de mayo de 2016, Disponible en: https://www.uam.es/ss/Satellite/es/1242668321277/1242666559037/UAM\_Laboratorio\_FA/laboratorio/Laboratorio\_de\_Microscopia\_de\_Barrido\_y\_Analisis\_por\_Energia\_Dispersiva\_de\_Rayos\_X.htm

<sup>&</sup>lt;sup>80</sup> La microscopía electrónica de barrido SEM (I) Concepto y usos. (2012). Patología Rehabilitación Edificios Materiales Construcción. Visitada el 31 de mayo de 2016, Disponible en: http://www.patologiasconstruccion.net/2012/12/lamicroscopia-electronica-de-barrido-sem-i-concepto-y-usos/

La decisión de realizar este tipo de análisis vino dada por los resultados que se espera poder obtener de esta investigación. Al tratarse de un estudio sobre la superficie resultante de una muestra tras un proceso, era necesaria la documentación del estado de la superficie con la mayor resolución posible. Al tratarse de tecnología perteneciente a terceros, el límite del análisis viene marcado por el tiempo de utilización. Mediante este análisis no podremos cuantificar la erosión producida por el ácido, por lo que la información obtenida será únicamente cualitativa, utilizando los resultados en comparación con otros análisis.

#### 7.2 Material utilizado

- Cinta adhesiva para fijar las muestras al porta muestras
- Guantes de látex
- Microscopio electrónico de barrido formado por: la unidad óptica-electrónica, el porta muestras, la unidad de detección de señales que se originan en la muestra, sistema de visualización de las imágenes, el sistema de vacío, sistema de registro fotográfico, sistema de procesamiento de la imagen con la ayuda computacional.
- Solución tampón formada por ácido fórmico al 5% más fosfato de tricalcio
- Pincel

#### 7.3 Preparación de la muestra

La muestra fue extraída del interior de la caja de metacrilato, depositándose en el porta muestras perteneciente al microscopio electrónico.

#### 7.3.1 Problemas encontrados

Debido al tamaño de la muestra a analizar, esta no se sostenía con seguridad sobre la plataforma, poniendo en riesgo la



Figura 53, muestras en bandeja microscopio electrónico

integridad del microscopio, por lo que la muestra tuvo que fragmentarse. Se eligió fracturarla por las grietas propias que presentaba el fósil, obteniendo así tres fragmentos.

Debido a las diferentes alturas que presentaban las muestras, algunas tuvieron que ser descartadas para realizar el análisis, ya que el enfoque necesario de una muestra podía causar un impacto sobre otra de las muestras con mayor altura por parte del microscopio, poniendo en peligro la integridad de la maquinaria y de la muestra.

#### 7.4 Procedimiento

Tras haber fracturado la muestra, colocamos de los dos fragmentos en el interior del microscopio. La cámara se selló ejerciendo una presión y tras una preparación automática por parte del sistema de la máquina, procedió a crear el vacío en el lugar en el que se encontraba la muestra depositada. Una vez creado el vacío el microscopio comenzó a devolver imágenes del interior de la cámara.

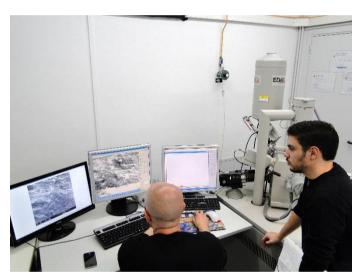


Figura 54, proceso captura de imágenes

## 7.4.1 Muestra 1 (costilla)

Las zonas elegidas para realizar el análisis se encontraban en las zonas 1 y 2, como así el paso entre ambas. Estas zonas presentaban tanto fósil como matriz, una consolidada y la otra sin consolidar.

Las zonas elegidas además de representativas fueron zonas fáciles de reconocer debido a sus características morfológicas pudiendo así valorar el cambio tras aplicar el ácido.

Encontrada la zona, con la ayuda del monitor y del experto, se eligió el tipo de información deseada del abanico de posibilidades, eligiendo para nuestra investigación la información en superficie. Elegido el aumento, se procedió a enfocar la zona a partir de los cambios de luz. Una vez enfocado, se procedió a realizar dos capturas una a 50x aumentos y otra a 100x aumentos de cada una de las zonas de interés.

Las fotografías de la primera zona presentaban información de la morfología de la muestra con una capa de Paraloid® B-72 antes de aplicar el ácido.

La zona intermedia nos servía de referencia para poder diferenciar la zona consolidada de la de sin consolidar.

La última zona mostraba la superficie de la muestra sin consolidar, enfocando en zonas que presentan matriz en la superficie.

Tras realizar las primeras fotografías, se procedió a abrir la cámara. Una vez abierta, se agitó el ácido fórmico al 5% para que el fosfato de tricalcio no quedase en el poso del recipiente. Una vez agitado, con la ayuda de un pincel se le aplicó una pincelada a la zona anteriormente fotografiada, tanto consolidada como sin consolidar. Acto seguido y debido al escaso tiempo, se volvió a cerrar la muestra en el interior de la cámara. El proceso de preparación del microscopio correspondió con el tiempo necesario que debe de estar el ácido sobre la superficie para eliminar la matriz. Cinco minutos después, el microscopio estaba listo para realizar la segunda tanda de fotografías.

Gracias a haber elegido zonas referentes previamente, estas segundas fotografías fueron más intuitivas. Se realizaron las fotografías en las mismas zonas con los mismos aumentos. En aquellas zonas que presentaban mayor alteración se incrementó el aumento para ver con más detalle los efectos sufridos. Una vez realizadas las fotografías la cámara se abrió por última vez, extrayendo las muestras de su interior y neutralizándolas del ácido mediante la inmersión de estas en agua destilada. Las muestras estuvieron en el interior del recipiente neutralizándose durante 15 minutos.

El tiempo de realización del análisis fue de una hora, en la cual participaron activamente un especialista del microscopio y dos preparadores.

#### 7.5 Problemas encontrados

Debido a los largos tiempos necesarios para que el microscopio estuviera operativo con cada una de las aperturas y al escaso tiempo que fue contratado, se tuvo que disminuir la apertura del mismo a únicamente dos veces, por lo que una única muestra fue analizada antes de la aplicación del ácido y después.

Debido a las diferentes alturas presentes en una misma muestra algunas imágenes eran difícilmente procesadas por lo que el resultado eran imágenes bastante saturadas.



Figura 55, muestra 1 tras análisis microscopía electrónica

#### 7.6 Resultados

Las imágenes **56**, **57**, **58** y **59** corresponden a la zona 1 (con sedimento y consolidado). **56** y **58** son previas a la aplicación del ácido, **57** y **59** tras cinco minutos de exposición al ácido.

En la imagen **56** podemos observar el sedimento como la zona más alta presente en la fotografía. Se aprecian ciertos brillos aislados producto del Paraloid® B-72 al 5% en acetona, en las zonas con ángulos marcados. En la imagen **58**, en la parte inferior derecha, podemos distinguir una zona con mayor grosor de Paraloid® B-72. Comparando la imagen **56** con la **57**, se percibe una superficie más irregular tras la aplicación del ácido. En la imagen **59** podemos atisbar en la parte inferior izquierda una grieta, la cual no aparecía en la imagen **58** previa a la aplicación del ácido. A su vez, la parte que presenta mayor altura en la imagen **59** aparece con una capa más densa que en la imagen **58**.

Las imágenes **60**, **61**, **62** y **63** corresponden a la zona de cambio entre la zona 1 (con sedimento y consolidado) y la zona 2 (con sedimento y sin consolidar). Las imágenes **60** y **62**, corresponden a momentos previos a la aplicación del ácido. Las imágenes **61** y **63** fueron tomadas cinco minutos después de la aplicación del ácido.

La imagen **60** muestra el cambio de tonalidad entre la zona con capa de consolidación (izquierda) y la zona sin consolidar (derecha). La superficie, aunque irregular, no presenta fragmentos superficiales sueltos. La granulometría de ambas zonas es semblante. En la imagen **61**, vemos pequeños fragmentos superficiales que han sido removidos de su zona de origen. A su vez, sobre la zona 2 (con sedimento y sin consolidar), se evidencian pequeños orificios circulares. La superficie de la zona 2 (con sedimento y sin consolidar) ha variado mínimamente, su grosor se ha rebajado en algunos micrómetros.

Las imágenes **62** y **63** nos ofrecen una comparativa de una zona determinada. El desgaste de la zona 2 (con sedimento y sin consolidar) es evidente, la zona 1 (con sedimento y consolidado) parece permanecer sin cambios, aunque presenta fragmentos superficiales procedentes de la zona 2. La imagen **64** nos muestra la zona 2 antes de la aplicación del ácido. Su superficie no revela grandes relieves. Las imágenes **65** y **66** nos resaltan la meteorización sufrida en la zona 2 tras la aplicación del ácido. Estos orificios, producto de la meteorización del ácido presentan una gran profundidad. Por norma general su aspecto es redondeado, encontrando en la zona restos de fragmentos los cuales se han desprendido por la acción del ácido. El tamaño de estos orificios ronda los 50 micrómetros.

# 7.7 Resultados fotográficos

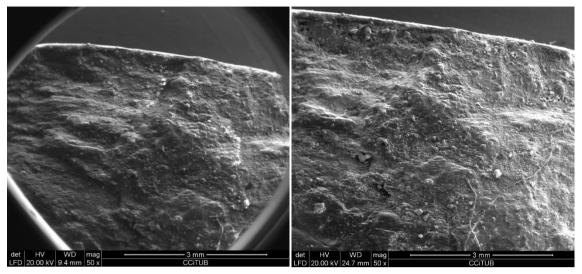


Figura 56, zona 1 general consolidado 50x

Figura 57, zona 1 general consolidado con ácido 50x

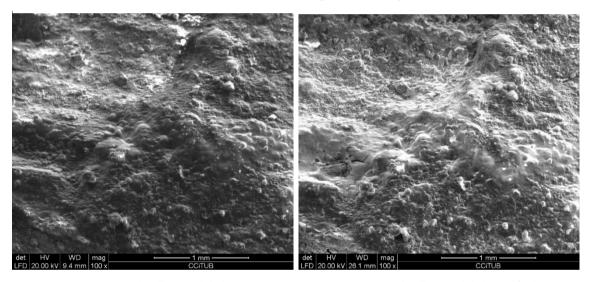


Figura 58, zona 1 detalle consolidado 100x

Figura 59, zona 1 detalle consolidado con ácido 100x

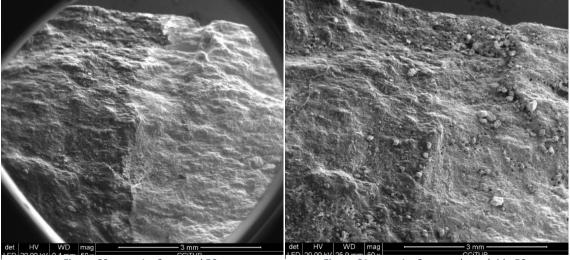


Figura 60, zona 1 y 2 general 50x

Figura 61, zona 1 y 2 general con ácido 50x

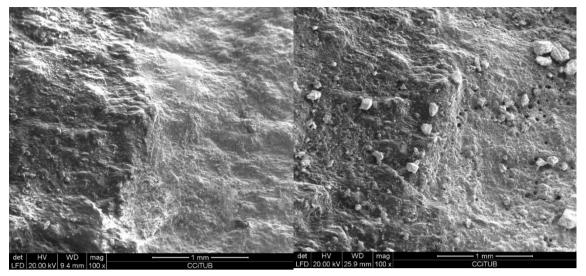


Figura 62, zona 1 y 2 detalle 100x

Figura 63, zona 1 y 2 detalle con ácido 100x

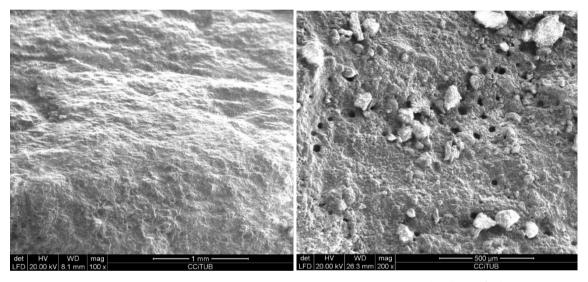


Figura 64, zona 2 detalle 100x

Figura 65, zona 2 detalle con ácido 200x

Figura 66, zona 2 detalle con ácido 400x

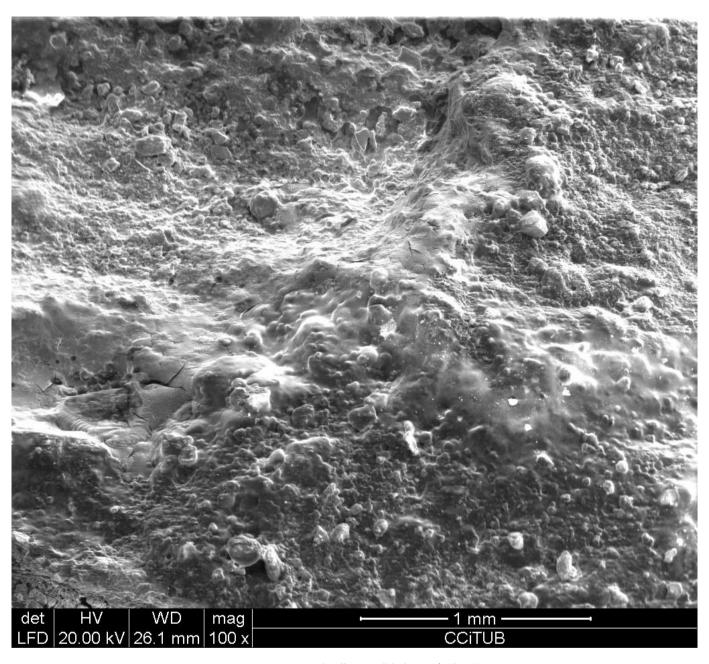


Figura 59, zona 1 detalle consolidado con ácido 100x

# 8. Análisis microscopía estereoscópica tras aplicación del ácido

#### 8.1 Introducción

La utilización del microscopio estereoscópico de fluorescencia manual nos permitirá obtener información sobre la morfología resultante de la muestra tras haberle aplicado la solución tampón formada por ácido fórmico más fosfato de tricalcio. El análisis en sí, no es destructivo para la muestra, pero la preparación previa de la muestra para obtener resultados puede provocar alteraciones sobre el fósil. La realización de este análisis, tiene como finalidad obtener imágenes de las zonas que no pudieron ser visualizadas bajo el microscopio electrónico tras la aplicación del ácido fórmico.

La resolución de este microscopio es el límite del análisis, no pudiendo profundizar para observar si las alteraciones están presentes en pequeñas dimensiones. La comparación entre procesos pre y post aplicación de ácido, serán las que ofrezcan unos resultados cualitativos.

### 8.2 Material utilizado

- Agua destilada como neutralizador del ácido
- Caja de metacrilato como porta objetos
- Cera para fijar las muestras
- Guantes de látex
- Microscopio estereoscópico Leica MZ 16 A con óptica ocular 10x/21 B (10x), ordenador
   con monitor para visualizar las imágenes
- Pincel
- Solución tampón de ácido fórmico más fosfato de tricalcio

#### 8.3 Preparación de la muestra

#### 8.3.1 Muestras 1 (costilla) y 2 (diente)

Tras verificar las zonas fotografiadas en el análisis previo (zonas 1 y 2 de la muestra fósil), se procedió a dar una pincelada de la solución tampón formada por ácido fórmico más fosfato de tricalcio sobre aquellas zonas que iban a ser estudiadas tanto en la muestra 1 como en la 2. La solución, actuó sobre el fósil durante cinco minutos para posteriormente ser neutralizado por inmersión en el interior de un frasco con agua destilada. El tiempo de neutralización fue mayor que el de exposición al ácido, dejándolo inmerso durante quince minutos. Una vez acabada la inmersión se dejaron secar los fragmentos. Una vez secos fueron colocados en la bandeja del microscopio para verificar la acción del ácido.

La primera muestra en ser analizada fue la tratada durante el análisis de microscopía electrónica, realizando las mismas fotografías que se habían realizado con anterioridad.

## **Procedimiento**

#### 8.4.1 Muestra 1 (costilla)

Con la ayuda del microscopio estereoscópico Leica® MZ 16 A, se realizaron distintas fotografías de las muestras tanto en general como en detalle, de aquellas zonas que se habían fotografiado con anterioridad o que presentaban un cierto interés tras la aplicación del ácido. La luz utilizada para realizar las fotografías fue luz rasante, ya que el interés principal se encontraba en analizar en profundidad la superficie, siendo esta luz la que ofrecía más información.

Para realizar las fotografías se ejecutó el programa *Leica application suite*. Los parámetros utilizados fueron los configurados con anterioridad, la información relacionada con los parámetros establecidos se encuentra en un archivo adjunto a cada fotografía.

En la primera zona (con sedimento y consolidado) se realizaron seis tomas, una en general y cinco de detalles de la misma zona, pero con mayor aumento. El interés en esta zona se centró en conocer el efecto del ácido en una zona con sedimento consolidado.

Entre las zonas uno y dos se realizaron dos fotografías de detalles para comparar con las fotografías realizadas mediante microscopía electrónica.

En la segunda zona (con sedimento y sin consolidar) se realizaron seis capturas, una en general y cinco en detalle. El interés de esta zona es comparativo con la primera, el objetivo es conocer si presenta una respuesta similar en ambas zonas con tratamientos diferentes.

En la tercera zona (sin sedimento y sin consolidar) no se pudieron repetir las fotografías, puesto que durante la realización de las tomas de microscopía electrónica la muestra tuvo que partirse, fragmentándose la zona que debía ser fotografiada.

En la cuarta zona (sin sedimento consolidado) se realizaron siete fotografías, una general y seis detalles. El interés de esta zona era comparativo con la tercera zona, ambas presentaban superficies sin erosionar. El objetivo se centró en conocer cómo respondía el consolidante frente al ácido.

En la quinta zona (sedimento consolidado) se realizaron tres fotografías, una en general y dos detalles de la zona. El objetivo de esta zona era conocer el poder de acción del ácido sobre la superficie en la que está destinado actuar y como un consolidante puede frenar el efecto.

En la sexta zona (sedimentos sin consolidar) se realizaron tres fotografías, una general y dos detalles de la zona sin consolidar. El objetivo de esta zona es conocer el poder de acción del ácido sobre la superficie.

#### 8.4.2 Muestra 2 (diente)

La muestra de diente fue fotografiada en la zona del esmalte vivo consolidado, realizando tres detalles para conocer el efecto causado por el ácido sobre esta superficie.

La segunda zona (esmalte desgastado con sedimento consolidado) fue fotografiada una vez de forma general y tres detalles para conocer la reacción diferencial por ácido sobre esmalte vivo y desgastado.

La tercera zona (interior del diente) fue fotografiada dos veces, una de forma general y otra en detalle. El fin de estas capturas fue el de conocer si existía una respuesta diferente debido a los componentes de la zona.

La cuarta zona (raíz con sedimento consolidado) fue fotografiada en tres ocasiones, una de forma general y dos en detalle para conocer el efecto del ácido.

#### 8.5 Resultados

#### 8.5.1 Muestra 1 (costilla)

Zona 1 (con sedimento y consolidado), imágenes **67**, **68**, **69** y **70**. Observamos como la superficie no presenta aparentemente erosión causada por la acción del ácido, aunque pequeñas partículas de sedimento han sido desplazadas tiñendo de marrón algunas zonas que antes presentaban una superficie blanca, libre de sedimento. Las imágenes **68**, **69** y **70** muestran pequeñas veladuras blancas de 0,2 mm de grosor, que han surgido en zonas cercanas o sobre sedimento consolidado.

Las imágenes **71** y **72** exponen el corte entre la zona 1 (con sedimento y consolidado) y la zona 2 (con sedimento y sin consolidar). Podemos apreciar claramente cómo ha habido un movimiento de sedimento superficial. Han surgido, producto del ácido, pequeños orificios sobre el sedimento.

Las imágenes de la **73** a la **81** corresponden a la zona 2 (con sedimento y sin consolidar). Las imágenes **74** y **79** nos presentan la superficie fósil. No se perciben orificios de meteorización, la superficie ofrece restos de sedimento superficial. Las imágenes **77,78, 80** y **81** muestran como sobre el sedimento aparece esta meteorización producto de la acción del ácido. En las imágenes **75** y **76** se pueden atisbar restos de sedimento que han sido desplazados por la acción del pincel al aplicar el ácido, a su vez, pueden distinguirse pequeños fragmentos fósiles los cuales pueden haberse desprendido o ya se encontraban así, puesto que en ninguna zona se observa alteración sobre la superficie.

Las imágenes de la **82** a la **86** corresponden a la zona 4 (sin sedimento y consolidado) por el reverso. Podemos percibir como la capa de Paraloid<sup>®</sup> B-72 ha protegido la superficie fósil, evitando el deterioro. El brillo propio de la capa continúa siendo visible. En las imágenes **84** y **85** se evidencia nuevamente un velo blanquecino en las proximidades del sedimento y en el interior de la grieta.

Las imágenes **87**, **88** y **89** corresponden a la zona 5 (sedimento consolidado), podemos atisbar como el brillo de la capa consolidante ha disminuido considerablemente. En la imagen **89** podemos ver nuevamente la aparición de un velo blanquecino, esta vez, la formación se asemeja al crecimiento de sales.

Las imágenes **90**, **91** y **92** corresponden a la zona 6 (sedimento sin consolidar), observamos que ha habido una reducción del tamaño del sedimento, aunque no se percibe la meteorización aparecida sobre el sedimento que se encontraba sobre el fósil.

#### Muestra 2 (diente)

Las imágenes **93**, **94**, **95** y **96** corresponden a la zona de esmalte desgastado. A simple vista no se aprecia ningún cambio aparente. Las imágenes **95** y **96** muestran posiblemente pequeñas meteorizaciones, aunque no son nada destacables.

Las imágenes **97**, **98** y **99** corresponden a la zona de esmalte vivo, no resalta ningún cambio aparente. La superficie se encuentra del mismo modo que antes de la aplicación del ácido. El brillo de la capa consolidante continúa realizando su función sin haber perdido brillo durante el proceso.

Las imágenes **100** y **101** forman parte de la zona interior del diente, en ella evidenciamos como la capa consolidante ha resguardado la superficie fósil de la acción del ácido. Podemos diferenciar en algunos puntos aislados que esta capa ha perdido algo de brillo.

Las imágenes **102**, **103** y **104** pertenecen a la raíz del diente, no se observa gran actividad del ácido sobre el sedimento. La superficie fósil no presenta alteraciones. Únicamente en la fotografía **104**, en una zona aislada se percibe una leve meteorización del sedimento sin mayor importancia.

#### 8.6 Resultados Fotográficos

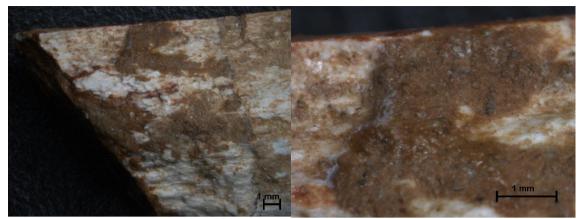


Figura 67, general zona 1 con ácido

Figura 68, detalle zona 1 con ácido

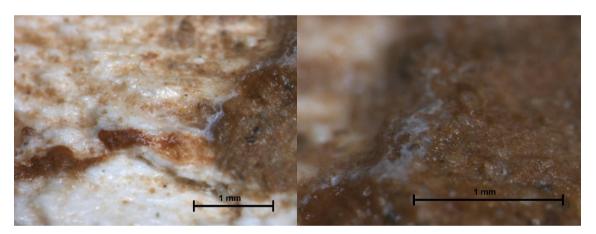


Figura 69, detalle 2 zona 1 con ácido

Figura 70, detalle 3 zona 1 con ácido

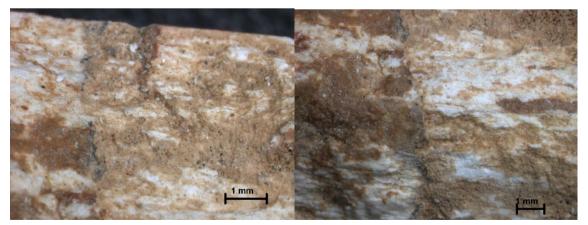


Figura 71, general zonas 1 y 2 con ácido

Figura 72, detalle zonas 1 y 2 con ácido

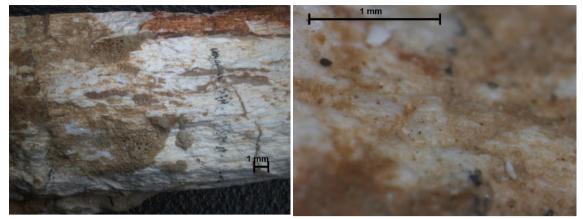


Figura 73, general zona 2 con ácido

Figura 74, detalle zona 2 con ácido

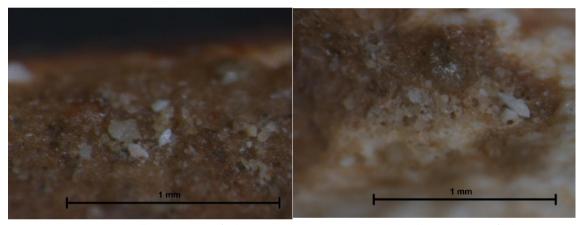


Figura 75, detalle 2 zona 2 con ácido

Figura 76, detalle 3 zona 2 con ácido

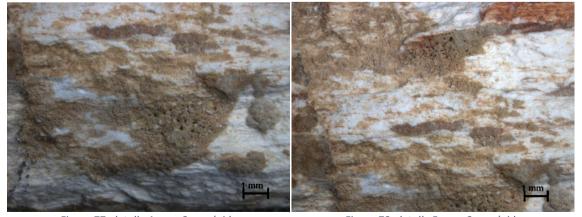


Figura 77, detalle 4 zona 2 con ácido

Figura 78, detalle 5 zona 2 con ácido

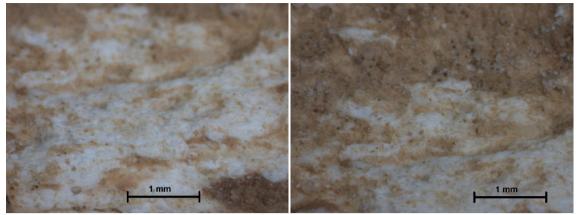


Figura 79, detalle 6 zona 2 con ácido

Figura 80, detalle 7 zona 2 con ácido

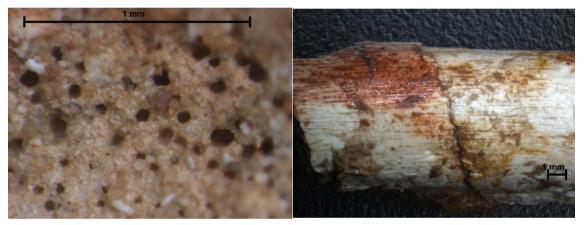


Figura 81, detalle 8 zona 2 con ácido

Figura 82, general reverso zona 4 con ácido

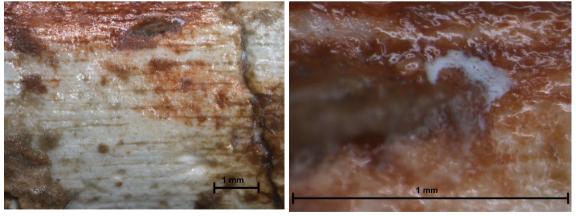


Figura 83, detalle reverso zona 4 con ácido

Figura 84, detalle 2 reverso zona 4 con ácido

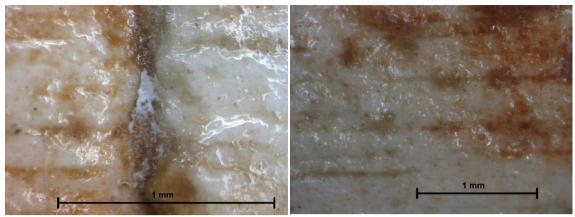


Figura 85, detalle 3 reverso zona 4 con ácido

Figura 86, detalle 4 reverso zona 4 con ácido



Figura 87, general zona 5 con ácido

Figura 88, detalle zona 5 con ácido



Figura 89, detalle 2 zona 5 con ácido

Figura 90, general zona 6 con ácido

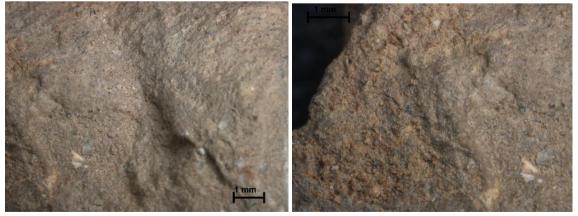


Figura 91, detalle zona 6 con ácido

Figura 92, detalle 2 zona 6 con ácido



Figura 93, general esmalte desgastado con ácido

Figura 94, detalle esmalte desgastado con ácido

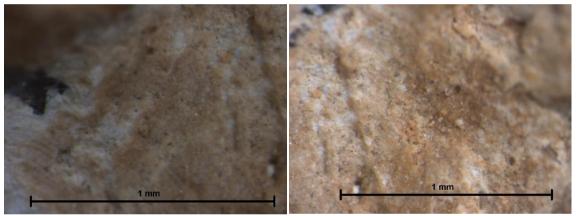


Figura 95, detalle 2 esmalte desgastado con ácido

Figura 96, detalle 3 esmalte desgastado con ácido



Figura 97, general esmalte vivo con ácido

Figura 98, detalle esmalte vivo con ácido

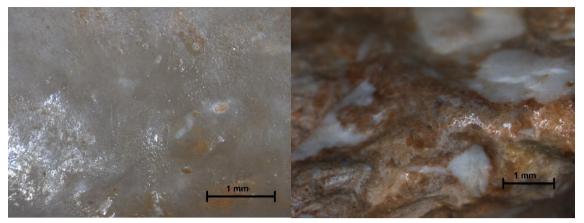


Figura 99, detalle 2 esmalte vivo con ácido

Figura 100, detalle interior del diente con ácido

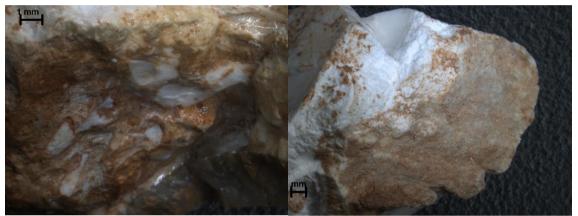


Figura 101, general interior del diente con ácido

Figura 102, general raíz con ácido

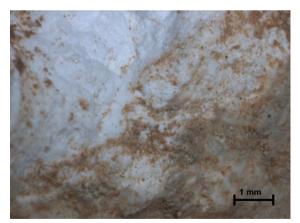


Figura 103, detalle raíz con ácido

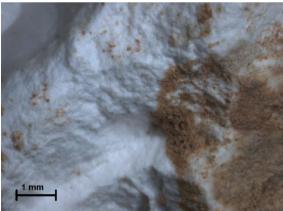


Figura 104, detalle 2 raíz con ácido

# 9. Interpretación de los resultados

#### 9.1 Muestra 1, Zona 1 (fósil consolidado y con sedimento)

En la imagen **36** observamos la primera zona (consolidada con sedimento). Esta imagen general nos muestra zonas en las que podemos apreciar tanto superficie fósil limpia, como con sedimento superficial. La capa de consolidación que recubre esta zona presenta un espesor irregular, pudiéndose percibir zonas con un marcado brillo. La imagen **37** es una ampliación de la imagen anterior. En esta podemos ver con mayor detalle, el acabado superficial que deja la capa de consolidación. La imagen **56** nos muestra una fotografía general realizada mediante microscopía electrónica, podemos entender el lugar mostrado gracias al cuadrado comparativo que aparece en color rojo, el cual nos marca la zona a examinar. La superficie es irregular con granulometría diversa, mediante microscopía electrónica resulta difícil diferenciar la zona con sedimento de la superficie del fósil. La fotografía **58** es un aumento de la anterior, gracias a esta podemos evidenciar las zonas con mayor grosor de material consolidante (marcada con un rectángulo verde), las cuales dificultan la correcta interpretación o lectura de la superficie.

En la imagen **57** observamos nuevamente la primera zona (consolidada con sedimento) tras haber sido aplicado el ácido fórmico, habiéndolo dejado actuar durante 5 minutos. La superficie, aunque muy semblante a su estado inicial, parece haberse erosionado levemente, ya que presenta unas formas más angulosas si se compara con la imagen número **56**. Si comparamos con las fotografías anteriores, parece que la capa de consolidación como así su grosor se ha desplazado, apareciendo zonas con mayor porcentaje de material del cual partían al comenzar la prueba. Marcadas con un círculo amarillo, resaltan dos de estas zonas que han variado su grosor y en las cuales podemos evidenciar grietas. La imagen **59** es un aumento de la anterior. En esta, se puede apreciar con mayor facilidad las grietas que han surgido en la superficie, suponiendo una posible entrada para el ácido. No se observa en ninguna zona consolidada, meteorización procedente del efecto del ácido en superficie.

Las imágenes **67, 68, 69** y **70** nos muestran la primera zona (consolidada con sedimento) tras haber sido aplicado el ácido fórmico, documentadas mediante microscopía estereoscópica. En ellas podemos atisbar claramente zonas en las que el consolidante que se encuentra sobre el sedimento ha adquirido una tonalidad blanquecina, a modo de velo. Si comparamos esta zona con las fotografías anteriores de microscopía electrónica, podremos comprobar como encontramos una correspondencia entre las zonas con grietas y el consolidante pasmado (zonas marcadas mediante círculos amarillos).

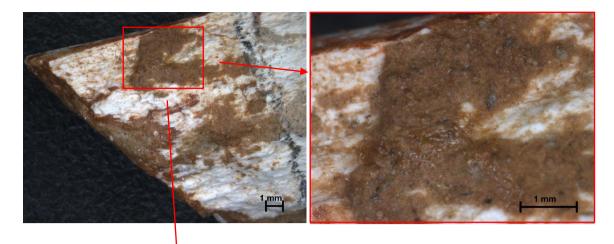


Figura 36, general zona 1

Figura 37, detalle zona 1

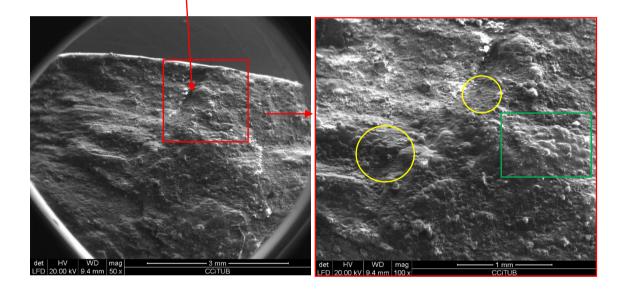


Figura 56, zona 1 general consolidado 50x

Figura 58, zona 1 detalle consolidado 100x

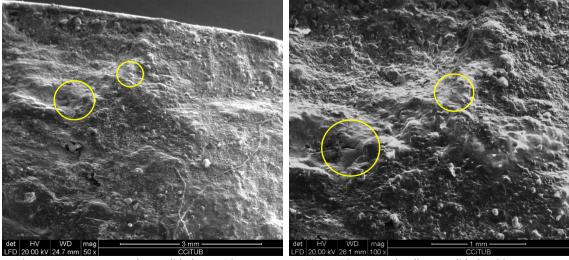


Figura 57, zona 1 general consolidado con 50x

Figura 59, zona 1 detalle consolidado 100x

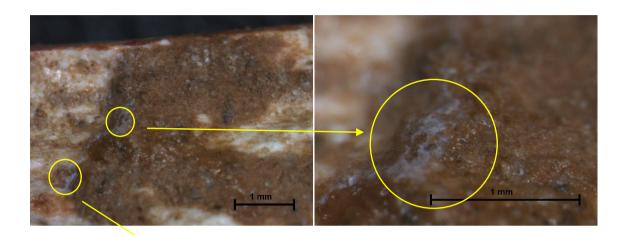


Figura 68, detalle zona 1 con ácido

Figura 70, detalle 3 zona 1 con ácido

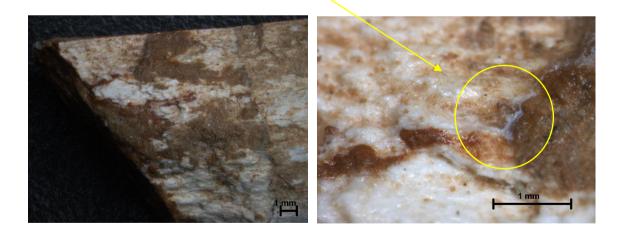


Figura 67, general zona 1 con ácido

Figura 69, detalle 2 zona 1 con ácido

### 9.2 Muestra 1, Zona 1 y 2 (fósil con y sin consolidar y con sedimento)

En la imagen 38 observamos una zona intermedia del fósil en la cual la línea de carbón marca el cambio de zona, de zona consolidada (parte izquierda de la imagen) a zona sin consolidar (parte derecha de la imagen). La superficie del fósil en estas zonas se encuentra muy erosionada, además ambas presentan sedimentos adheridos en superficie. La imagen 60 es una ampliación de la zona sobre la cual se realizó la intervención observada bajo microscopio electrónico antes de la aplicación del ácido. Como podemos ver, el cambio entre zonas es muy evidente. La superficie como comentábamos con anterioridad se encuentra muy erosionada, aunque esta erosión es muy regular, extendiéndose por toda la superficie de una manera general.

La imagen 61 es tras la aplicación del ácido, habiendo pasado 10 minutos. Podemos apreciar como la zona sin consolidar ha sufrido una erosión en superficie, perdiendo en parte esa regularidad que presentaba. A su vez han aparecido zonas con meteorización debido a la aplicación del ácido (círculos amarillos), no siguen ningún patrón. Su diámetro es de micras y se cuentan en la zona por decenas. Esta meteorización la encontramos por lo general sobre zona sin consolidar (imagen 65), aunque podemos encontrar una zona meteorizada sobre superficie consolidada en la parte superior de la imagen. Este hecho puede ser producto de la ausencia de Paraloid® B-72 en esa zona en particular. Este se encuentra en una zona con ángulos agudos, los cuales han podido dificultar la penetración del Paraloid® B-72 permitiendo al ácido acceder al fósil sin dificultad, provocando así su meteorización. O quizás el desplazamiento de sedimento haya provocado que, debido a su forma angular, se haya depositado sedimento proveniente de otra zona y el ácido continúe su acción sobre el sedimento quedando reflejado en la imagen. Sobre la superficie, de forma general, encontramos restos de sedimento que por la acción del ácido más el pincel utilizado han sido desplazados. La imagen 71 es un aumento de la zona que presenta mayor meteorización, indicándonos claramente los agujeros circulares provocados por el ácido.

La imagen **71** es una imagen general tras la aplicación del ácido. Si la comparamos con las imágenes anteriores podremos entender como el ácido desplazó claramente parte del sedimento por la superficie del fósil. Las zonas meteorizadas corresponden con lugares en los cuales se encuentra sedimento. Bajo el microscopio estereoscópico no se aprecia aparentemente erosión sobre la superficie limpia del fósil. La zona exacta de meteorización sobre la zona consolidada no se puede observar mediante microscopio estereoscópico, correspondiendo con una zona en la cual se observan pequeños restos de sedimento. No

podemos asegurar a partir de las imágenes que este sedimento se encuentre sobre o bajo la capa consolidante.

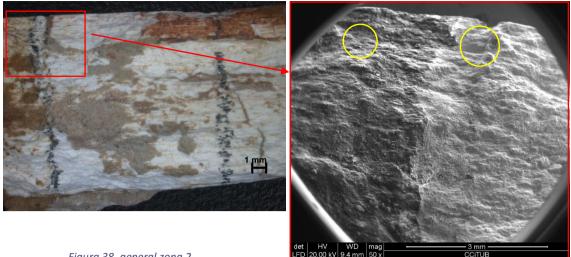


Figura 38, general zona 2

Figura 60, zona 1 y 2 general 50x

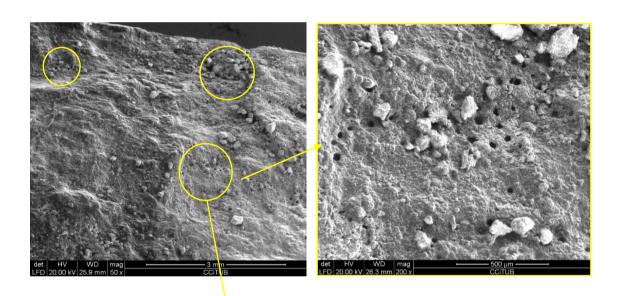


Figura 61, zona 1 y 2 general con ác<mark>i</mark>do 50x

Figura 65, zona 2 detalle con ácido 200x

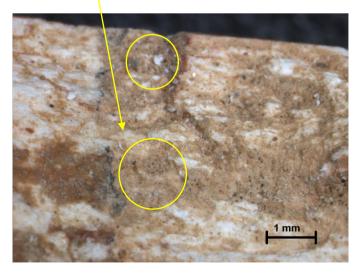


Figura 71, general zonas 1 y 2 con ácido

# 9.3 Muestra 1, Zona 2 (sin consolidar y con sedimento)

En la imagen **38** observamos la zona 2 (sin consolidar con sedimento), la superficie del fósil se encuentra muy erosionada y el sedimento presenta gran grosor en esta zona. La imagen **39** es un aumento de la anterior, en la cual gracias a la luz rasante podemos percibir la superficie desgastada con mayor facilidad.

Las imágenes **105** y **64** realizadas mediante microscopio electrónico muestran como aun estando alterada, la superficie se observa bastante regular.

La imagen **77** muestra el resultado de la zona tras la aplicación del ácido fórmico. Podemos ver como el sedimento ha sido desplazado por la acción del pincel. Solamente en la zona que presenta mayor concentración de sedimento es apreciable la meteorización. Aunque sobre fósil no se descarte, mediante microscopio estereoscópico no es posible de observar.

Las imágenes **78** y **80** muestran una zona anteriormente recubierta por sedimento, como indican las fotografías, la meteorización solo es visible sobre sedimento. La superficie del fósil no da indicios de haber sido alterada por el ácido.

La imagen **73** presenta la zona 2 (sin consolidar con sedimento) de forma general tras haber sido aplicado el ácido. La pérdida de sedimento es apreciable a simple vista, aunque al haber sido desplazada y extendida por la superficie sea difícil de diferenciar. La imagen **81** muestra como con pocos aumentos se puede evidenciar la acción del ácido sobre el sedimento.

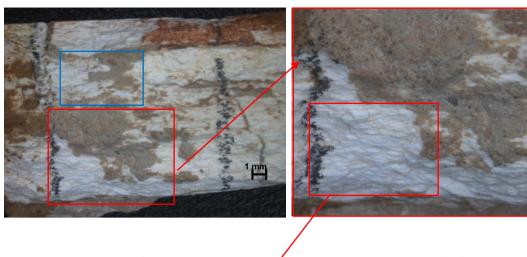


Figura 38, general zona 2

Figura 39, detalle zona 2

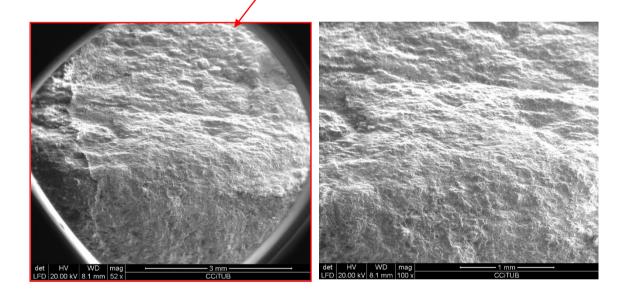


Figura 105, zona 2 general 50x

Figura 64, zona 2 detalle 100x

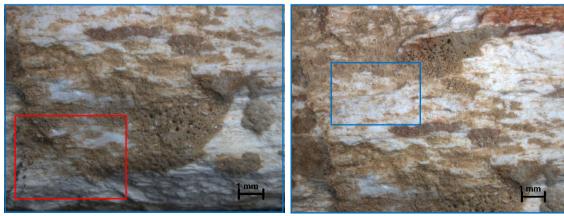


Figura 77, detalle 4 zona 2 con ácido

Figura 78, detalle 5 zona 2 con ácido

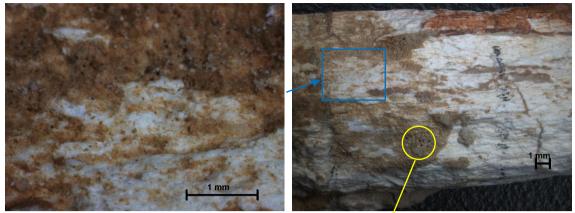


Figura 80, detalle 7 zona 2 con ácido

Figura 73, gen<mark>eral zona 2 con ácido</mark>

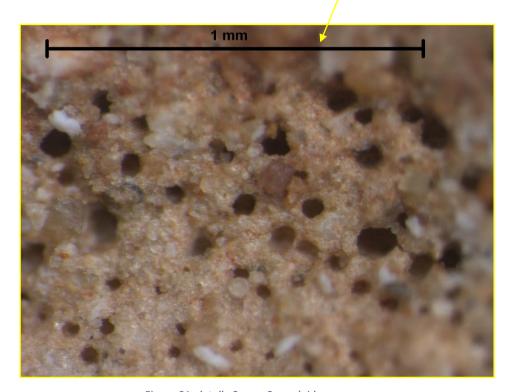


Figura 81, detalle 8 zona 2 con ácido

# 9.4 Muestra 1, Zona 3 (sin consolidar y sin sedimento, reverso)

La imagen **40** muestra la zona general que iba a ser estudiada. En ella podemos observar los relieves propios que presenta la superficie del fósil cuando no está alterada. La imagen **41** es un aumento de la anterior resaltando en detalle los relieves mencionados.

Por encontrarse la zona en el reverso del fósil, el estudio con microscopía electrónica fue descartado ya que suponía un gasto excesivo de tiempo. A su vez, durante la fragmentación que tuvo que realizarse para que se pudieran analizar otras muestras bajo microscopía electrónica, la zona en cuestión se perdió. Por lo que fue imposible realizar las fotografías después de la intervención.

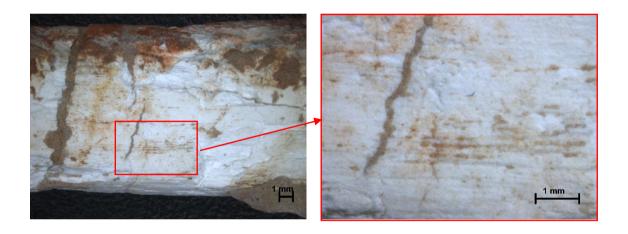


Figura 40, general zona 3 reverso

Figura 41, detalle zona 3 reverso

#### 9.5 Muestra 1, Zona 4 (sin sedimento, consolidado)

La imagen **42** muestra la zona 4 de una forma general. Esta zona presenta con gran detalle los relieves propios de una superficie fósil sin erosionar. La imagen **43** es una ampliación de la anterior y nos permite atisbar el brillo característico de deja la capa de consolidación sobre la superficie. Esta zona no fue elegida para ser observada bajos microscopía electrónica por falta de tiempo, por lo que, tras aplicarle el ácido, dejarlo actuar durante 10 minutos y neutralizarlo, fue analizada bajo microscopía estereoscópica.

La imagen **82** ofrece la visión general de la zona tras la aplicación del ácido. Podemos percibir como los relieves han permanecido intactos, no se observa a simple vista erosión e incluso ha permanecido el brillo del consolidante.

En la imagen **83**, aumento de la **82**, podemos evidenciar como en las zonas en las que encontramos sedimentos han aparecido manchas blancas o veladuras. Éstas, coinciden con zonas angulosas en las cuales puede haberse quedado más tiempo actuando el ácido o en las que el Paraloid<sup>®</sup> B-72 no acabó de sellar bien la superficie.

Las imágenes **84** y **85** son dos detalles de las veladuras mencionadas, son de tamaño considerable, puesto que pueden ser observadas sin la necesidad de aumentos.

Las imágenes **106** y **86** revelan en detalle las zonas que iban a ser estudiadas a priori. No se percibe ningún tipo de alteración o meteorización en superficie, pudiéndose ver con facilidad los relieves característicos.

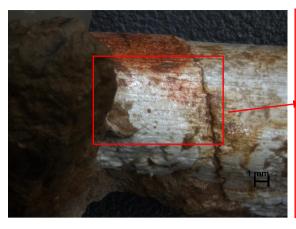
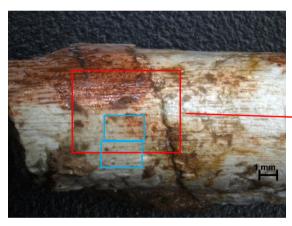




Figura 42, general zona 4 reverso

Figura 43, detalle zona 4 reverso



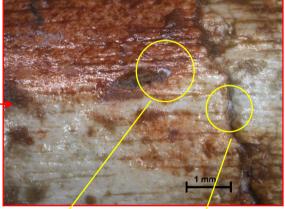
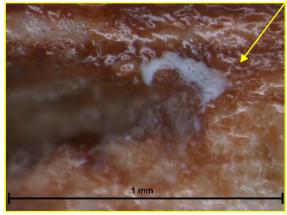


Figura 82, general reverso zona 4 con ácido

Figura 83, detalle reverso zona 4 con ácido





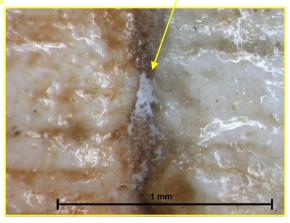
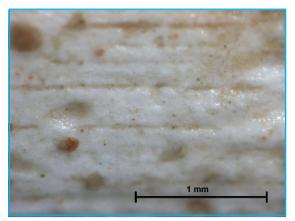


Figura 85, detalle 3 reverso zona 4 con ácido



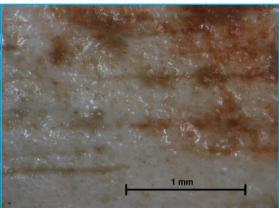


Figura 106, detalle 5 reverso zona 4 con ácido

Figura 86, detalle 4 reverso zona 4 con ácido

# 9. 6 Muestra 1, Zonas 5 y 6 (sedimento con y sin consolidar)

Las imágenes **44** y **45** nos muestran el fragmento de sedimento consolidado, tanto en general como en detalle. Podemos observar perfectamente el brillo que crea en superficie el Paraloid® B-72.

Las imágenes **87** y **88** son las mismas fotografías que las anteriores pero una vez tratada ya la zona con el ácido fórmico. Se puede apreciar claramente un descenso del brillo del consolidante en general. Encontramos en una zona determinada, una nueva veladura, que analizada con mayor aumento (imagen **89**) nos ofrece una especie de cristalización o crecimiento de sales.

Las imágenes **46** y **47** corresponden al fragmento de sedimento sin consolidar. El sedimento es de una granulometría regular.

Las imágenes **90** y **91** presentan la misma zona tras haber sido esta sometida a la acción del ácido. Se puede percibir como el nivel de sedimento ha disminuido considerablemente, perdiendo correspondencia con las imágenes anteriores. La imagen **92** es un aumento de la imagen **90**, en esta podemos evidenciar una clara meteorización causada por la acción del ácido.

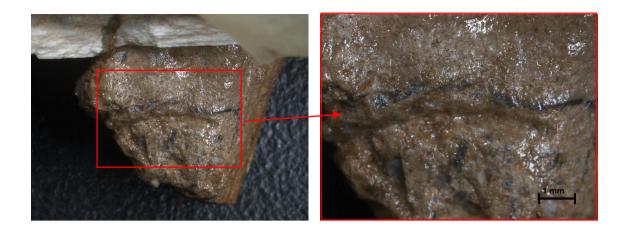
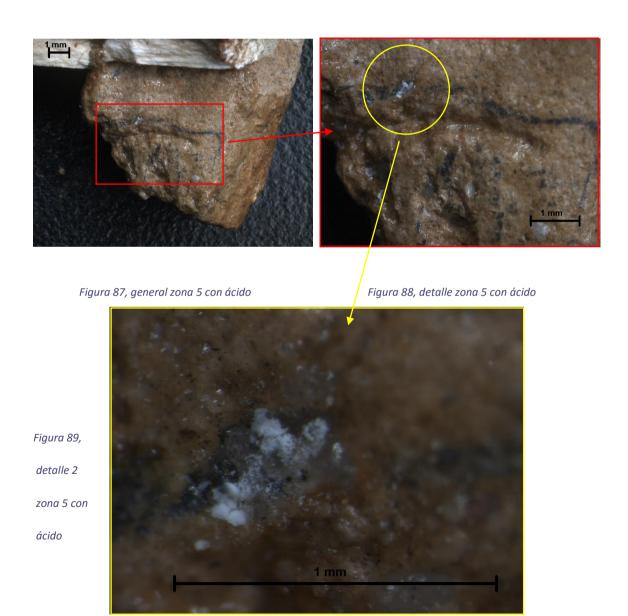


Figura 44, general zona 5

Figura 45, detalle zona 5



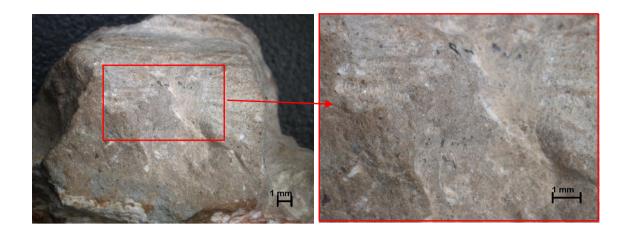


Figura 46, general zona 6

Figura 47, detalle zona 6



Figura 90, general zona 6 con ácido

Figura 91, detalle zona 6 con ácido



Figura 92, detalle 2 zona 6 con ácido

# 9.7 Muestra 2 (diente 1) Esmalte con sedimento

La imagen 48 nos muestra la zona en general antes de ser sometida al proceso de limpieza química. Se pueden percibir restos de sedimento consolidado en la zona. La capa de consolidación es bastante gruesa, aunque específicamente en esta zona parece haber menor cantidad. La imagen 93 nos expone la misma zona que la anterior, pero una vez recibido el tratamiento de ácido. A simple vista, no se observan cambios significantes. Las imágenes 94 y 95 son aumentos de la anterior. La primera de ellas nos resalta como el sedimento continúa húmedo una vez finalizado el proceso, por lo que intuimos que agua o ácido han llegado a penetrar en algún momento, siendo apreciable el cambio de tonalidad a simple vista. En cambio, no se aprecia meteorización alguna sobre esmalte. En la imagen 96 podemos intuir levemente el principio de meteorización sobre restos de sedimento.

## 9.8 Muestra 2 (diente 1) Interior del diente

La imagen **49** revela el interior del diente antes de realizar el proceso químico. Podemos ver una gruesa capa de consolidante, dotando a la superficie de un marcado brillo. La imagen **101** se tomó una vez realizada la limpieza química. No se distingue ningún cambio aparente en cuanto a la morfología de la superficie, aunque el brillo ha disminuido, encontrando tras hacer cierto aumento (Imagen **100**), una leve veladura poco perceptible a través de las cámaras.

## 9.9 Muestra 2 (diente 1) Esmalte vivo

La imagen **50** es la fotografía inicial antes de realizar la prueba de ácidos. En ella podemos diferenciar una grieta con restos de pegamento imedio® más una capa de Paraloid® B-72. La imagen **97** se realizó una vez terminado el proceso de ácido, en esta zona no se observa ningún tipo de cambio. La superficie continúa manteniendo su morfología (imagen **98**) y la grieta no presenta efervescencia en su interior, por lo que se encuentra bien sellada.

#### Muestra 2 (diente 2) Raíz con sedimento

La pérdida de sedimento ha sido mínima si comparamos la fotografía **51** de antes de la prueba con la imagen **102** tras la aplicación del ácido. Estas imágenes ofrecen una visualización general de la zona en la que se encuentra parte de la raíz con restos de sedimento. La consolidación no parece excesiva, por lo que no se encuentran brillos en superficie. El sedimento desaparecido ha sido desplazado a un lugar el cual no presentaba sedimento antes de realizar la limpieza. Justamente ese sedimento ha sido el que ha reaccionado con el ácido, observándose meteorización. La superficie del fósil no revela síntomas a simple vista de haber sido alterada por la acción del ácido.



Figura 48, general esmalte desgastado

Figura 93, general esmalte desgastado con ácido

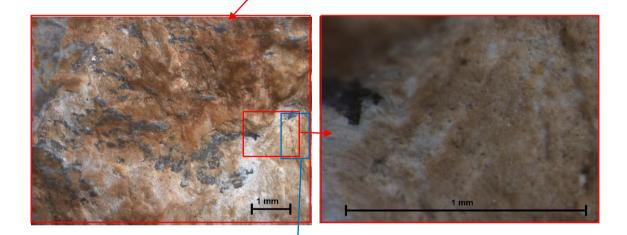
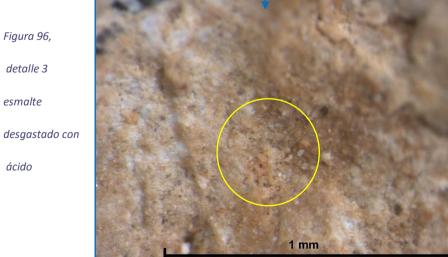


Figura 94, detalle esmalte desgastado con ácido

Figura 95, detalle 2 esmalte desgastado con ácido



detalle 3 esmalte desgastado con ácido

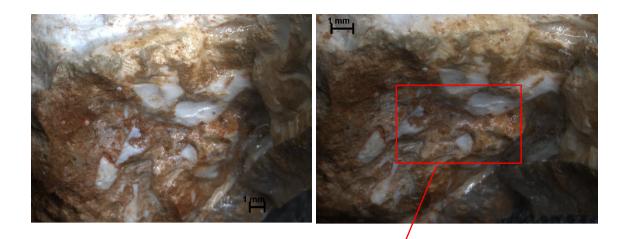


Figura 49, general interior diente

Figura 101, general interior del diente con ácido

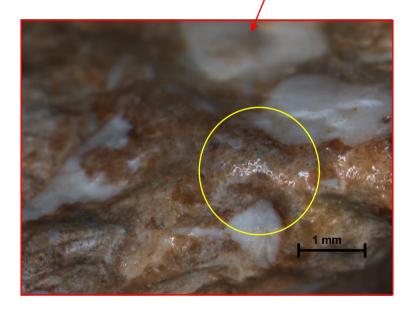
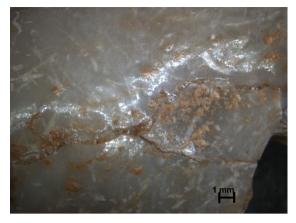


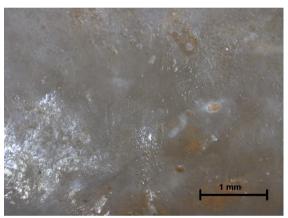
Figura 100, detalle interior del diente con ácido



1 mm

Figura 50, general esmalte vivo

Figura 97, general esmalte vivo con ácido



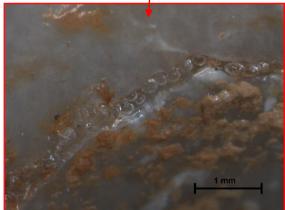


Figura 99, detalle 2 esmalte vivo con ácido

Figura 98, detalle esmalte vivo con ácido

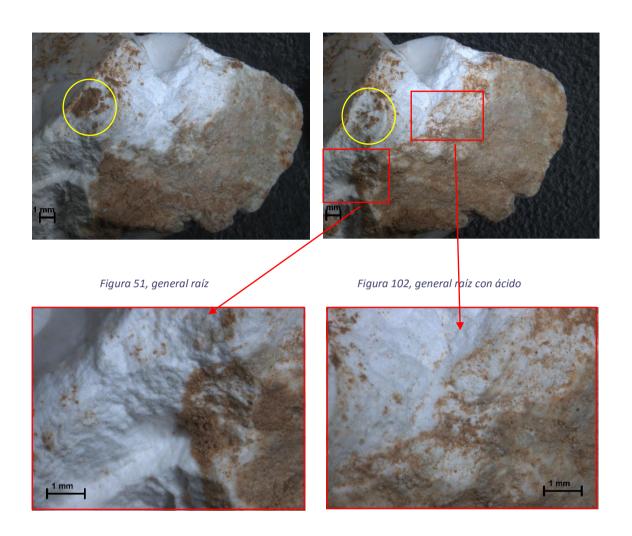


Figura 104, detalle 2 raíz con ácido

Figura 103, detalle raíz con ácido

#### 10. Discusión de los resultados

En respuesta a la pregunta realizada en la introducción, ¿Cuál es el daño o efecto causado sobre la superficie de los fósiles a nivel microscópico, por la utilización de la preparación química mediante el uso de la solución tampón formada por ácido fórmico más fosfato de tricalcio, provenientes del yacimiento de Can Mata, para la eliminación de la matriz?

#### Podemos indicar que:

Tanto los resultados de la microscopía electrónica como los de la microscopía estereoscópica, nos indican que el efecto causado por la utilización de ácido fórmico tamponado con fosfato de tricalcio aplicado sobre muestra sin consolidar, afecta únicamente al sedimento que se puede encontrar sobre la superficie fósil. Por el contrario, la superficie propia del fósil no muestra signos de alteración visibles.

Posiblemente la forma en la que fue aplicado el ácido fórmico, poca cantidad mediante pincel, junto con el tiempo de exposición, consiguió disminuir el efecto adverso de la solución, imposibilitando así su posible visualización. A su vez, la remoción de sedimentos durante la aplicación del ácido, contaminó la superficie fósil que se encontraba libre de sedimentos, por lo que imposibilitó en cierta media la obtención de respuestas esclarecedoras y válidas sobre la acción del ácido en superficie fósil.

La saturación de la solución por fosfato de tricalcio o un exceso de este, puede haber provocado un descenso de la acción propia del ácido, desactivando en gran medida su poder abrasivo, dificultando así la remoción de sedimento y también su acción perjudicial sobre la superficie del fósil. Quizás se debería haber alargado el tiempo de exposición de la muestra en ácido debido al poco poder abrasivo que presentaba la solución. Se recomienda para futuras investigaciones, minimizar el grado de saturación de fosfato de tricalcio o alargar los tiempos de exposición hasta que todo sedimento haya sido eliminado.

Posiblemente no se haya podido constatar un efecto adverso, debido a la falta de variedad de muestras por comparar y analizar bajo microscopio electrónico, y por la contaminación de la superficie a estudiar durante la realización del estudio.

Es recomendado en caso de repetir la investigación, prestar especial atención al baño neutralizante en agua destilada, para evitar así traspasos de sedimento entre zonas que

contaminen y puedan llevar a la incorrecta interpretación. Una zona libre de impurezas podría proporcionarnos resultados válidos para la investigación.

Se recomienda para futuras investigaciones variar el método de aplicación del ácido, pudiendo ser probado mediante inmersión de la muestra, para así poder comparar los resultados. Muchos centros preparan sus fósiles mediante la inmersión en ácido, por lo que sería interesante realizar una nueva investigación enfocada en este tipo de preparación para así poder descartar los efectos adversos.

Los resultados bajo microscopía electrónica y microscopía estereoscópica revelan que las zonas que se encontraban con una capa consolidante, formada por Paraloid® B-72 al 5%, han protegido tanto la superficie fósil como el sedimento de la acción abrasiva de la preparación química.

Los datos obtenidos a su vez nos indican que existen puntos en los que la acción del ácido ha provocado fisuras/grietas en la capa consolidante. Estas grietas corresponden con las zonas en las que se pueden observar manchas blancas/veladuras en la superficie.

Posiblemente esas grietas causadas por el ácido, hayan permitido la penetración del mismo, creando así una reacción efervescente en contacto con restos de sedimento que se encontraban bajo la capa, dejando como resultado marcas en ese tono blanquecino.

Se ha observado que, en ocasiones, a nivel general el brillo propio de la capa consolidante se matiza debido a la acción del ácido. Quizás la aparición de las grietas pueda desencadenar un desarrollo exponencial de la acción matizadora, provocando como resultado la opacidad de la capa.

En otras zonas, estas manchas blancas se han encontrado en lugares con ángulos marcados o en el interior de fisuras propias de la muestra. Posiblemente una incorrecta aplicación de la capa consolidante haya creado zonas en las que el grosor de dicha capa sea menor o incluso inexistente, facilitando así la entrada de ácido y por consiguiente creando estas manchas blancas. Podemos asegurar que estas veladuras son producto directo de la acción del consolidante, puesto que en las zonas libre de Paraloid® B-72 no se han encontrado.

Observadas con mayor aumento, alguna de ellas, presentan una morfología muy semblante a la de las sales. Podríamos descartar esta hipótesis sobre el crecimiento de sales debido a la rapidez en la que el proceso se efectúa (5-10 minutos). Un futuro estudio a partir de estas muestras, sería el del seguimiento periódico de las mismas, para observar así el crecimiento de las sales después del tratamiento de limpieza química y su neutralización.

Futuras líneas de investigación podrían centrar su estudio en conocer más en profundidad este efecto que provoca manchas en la superficie, para esclarecer cuales son los riesgos que implica su aparición.

Los resultados bajo microscopía estereoscópica sobre la muestra "diente" nos indican que la acción del ácido fórmico tamponado con fosfato de tricalcio no provoca alteraciones en la superficie del fósil. De la misma manera, la acción sobre sedimento ha sido mínima.

Al tratarse de material preparado previamente, se desconocen el número de capas consolidantes, como así la proporción de Paraloid® B-72 durante su aplicación.

Se aconseja para futuras investigaciones, preparar las muestras de diente según los parámetros preestablecidos de este ensayo, para poder comparar los resultados obtenidos.

Es posible que el grosor de esta capa haya imposibilitado la obtención de resultados satisfactorios. La investigación sobre dientes se realiza normalmente sin capa consolidante, ya que dicha capa impide la correcta caracterización de la misma. Es importante realizar este estudio con material sin consolidar para poder corroborar o descartar el efecto adverso de la preparación química sobre este material.

Es recomendado para futuras investigaciones, si las muestras son de pequeño tamaño, prepararlas para la microscopía electrónica sobre soportes los cuales estabilicen la muestra, la nivelen y sean accesibles al interior del microscopio. Esto, facilitará en cierta medida la toma de imágenes. A su vez, se recomienda la separación en el tiempo de los análisis previos y post aplicación ácido, asegurándose así la disponibilidad de tiempo y medios.

# **11. CONCLUSIONES**

## 11. Conclusiones

Para finalizar, en este apartado expondremos las principales conclusiones que podemos extraer del proyecto de investigación realizado. Para comprobar si cumple con lo pretendido en un primer momento nos fijaremos en los objetivos fijados al principio, la correlación de estos nos confirmará si hemos logrado lo que nos habíamos propuesto conseguir.

- 1. Uno de los objetivos era el de constatar la existencia o no de un efecto adverso producido por la preparación química formada por ácido fórmico más fosfato de tricalcio según lo preestablecido. No se ha podido constatar tal efecto adverso ya que la preparación química ha tenido únicamente una acción meteorizante sobre el sedimento, dejando sin alterar la superficie del fósil. No obstante, no se puede confirmar la eficacia de este tipo de preparación, puesto que no ha habido suficiente variedad de muestras para garantizar la eficacia del método y las pruebas realizadas tampoco han ofrecido resultados suficientemente esclarecedores.
- 2. El segundo de los objetivos era poder llegar a conocer las diferentes reacciones de la preparación química sobre las diferentes partes de la muestra diente. No se ha llegado a alcanzar una diferenciación entre las diferentes partes, debido a que las muestras a analizar habían sido preparadas con anterioridad para su almacenaje y no para su estudio mediante diversas capas de Paraloid® B-72. El resultado obtenido, ha sido consecuencia de la capa de consolidación presente, siendo esta excesivamente gruesa por lo que la respuesta del ácido ha sido nula en cada una de las partes.
- 3. El tercero de los objetivos era cuantificar el daño causado a nivel microscópico. El microscopio electrónico nos mostró una clara meteorización sobre las partes que no presentaban consolidación en superficie. Al contrastar estas imágenes con las del microscopio estereoscópico, se comprobó como la meteorización mostrada correspondía a restos de sedimento superficiales. Por este motivo, la cuantificación del daño causado a nivel microscópico no se puede llegar a establecer. La superficie destinada a responder a esta pregunta, fue contaminada por restos de sedimento procedentes de otras zonas, ofreciendo resultados difíciles de valorar a partir de los resultados obtenidos. No se puede descartar que dicha preparación no afecte la

superficie fósil. A falta de continuar investigando, se puede valorar la acción causada como mínima y segura para su utilización.

4. El cuarto objetivo era el de constatar si el efecto tamponante utilizado era eficaz. La saturación de la solución de ácido fórmico mediante fosfato de tricalcio ha sido eficaz como medio tamponante, puesto que los resultados ofrecidos por los distintos microscopios no han mostrado ningún tipo de alteración sobre superficie fósil. El uso de este material está justificado.

La consecución de estos objetivos nos lleva a poder contestar parcialmente a la pregunta principal, ¿Cuál es el daño o efecto causado sobre la superficie de los fósiles a nivel microscópico, por la utilización de la preparación química mediante el uso de la solución tampón formada por ácido fórmico más fosfato de tricalcio, provenientes del yacimiento de Can Mata, para la eliminación de la matriz?

A falta de repetir los estudios para poder contrastar la información obtenida, se puede anticipar que el daño causado a nivel microscópico sobre material fósil es mínimo o incluso inexistente siempre que la preparación química se realice según lo establecido en este estudio.

Por consiguiente, la hipótesis sobre la alteración provocada por la preparación química no ha podido ser demostrada debido a:

- Falta de variedad de muestras. Todas las muestras no pudieron ser analizadas, por lo que tuvo que realizarse una criba, utilizando únicamente dos zonas de la muestra 1.
- Los medios utilizados. El elevado coste de los medios utilizados hizo disminuir el número de análisis realizados. Al tener que realizar las fotografías del antes del proceso, del durante y del después en una misma hora, se tuvo que agilizar el proceso, por lo que no pudo ser analizado al detalle.
- Errores de interpretación. Los movimientos de sedimentos por la superficie provocaron dificultades a la hora de interpretar las imágenes, no pudiendo así garantizar al 100% el efecto causado por el ácido.

Esta investigación ha aportado información de valor sobre el efecto del ácido fórmico sobre material preparado. A partir de este estudio, podrá prepararse con mayor seguridad el material extraído del yacimiento de Can Mata. Preparando el material según lo establecido en este estudio, el gasto de solución tampón se minimiza, comparándolo con los centros que realizan la preparación introduciendo el material en el interior de cubetas con la solución, por lo que aplicándose el ácido con pincel se abaratan los costes de realización.

A su vez, se ha descubierto que el ácido es capaz de alterar la capa consolidante formada por Paraloid® B-72, pudiéndola quebrantar y dejando penetrar al ácido. Por este motivo, futuras investigaciones irán destinadas a esclarecer este nuevo efecto mostrado, para poder considerar así, si se trata de un efecto perjudicial para la conservación del fósil.

Este estudio ha dejado vacíos por resolver, los cuales pueden ser resueltos por futuros investigadores. Solamente dos zonas de las cinco preparadas fueron observadas bajo microscopio electrónico, por lo que su futura observación podrá hacer revisar los resultados obtenidos hoy. Además, este proyecto se ha realizado únicamente con material procedente del yacimiento de Can Mata, por lo que este estudio puede extrapolarse a distintos tipos de material para así tener un mayor conocimiento de las reacciones de los ácidos sobre materiales paleontológicos.

# 12. Bibliografía

- ABDALA, F., HIDALGO, M., (1992), Variaciones de un método químico de limpieza para la preparación de vertebrados fósiles, AMEGHINIANA, vol. 24, nº4
- Ácido cloroacético. Es.wikipedia.org. (2016). [online] Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/%C3%81cido\_cloroac%C3%A9tico [Visitado 24 mayo 2016].
- Ácido fórmico | La Guía de Química. (2014). Quimica.laguia2000.com. Retrieved 27 May
   2016, Disponible en: http://quimica.laguia2000.com/quimica-organica/acido-formico
- Ácido fuerte. Es.wikipedia.org. (2016). [online] Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/%C3%81cido\_fuerte [Visitado 24 mayo 2016].
- Ácidos/bases fuertes/débiles. Ácido Base. (2009). [online] Disponible en: https://lctbacidobase.wordpress.com/acidosbases-fuertesdebiles/ [Visitado 24 mayo 2016].
- ALBA, D. M., et al., (enero-diciembre 2006), los vertebrados fósiles del Abocador de Can Mata (els hostalets de Pierola, l'Anoia, Catalunya), una sucesión de localidades del Aragoniense superior (MN6 y MN7+8) de la cuenca del Vallès-Penedès. Campañas 2002-2003, 2004 y 2005., Estudios Geológicos, 62 (1),
- Anónimo, (2005), Appendix U: Curatorial Care of Paleontological and Geological Collections, NPS Museum Handbook, Parte I,
- ARAÚJO, R., MATEUS, O., et al., (enero 2009), PREPARATION TECHNIQUES APPLIED TO
   A STEGOSAURIAN DINOSAUR FROM PORTUGAL, Journal of Paleontological Techniques,
   Número 5, ISSN: 1646-5806.
- Àrea de paleontologia Visita Hostalets. (2016). Visita Hostalets. Visitado 7 junio 2016,
   Disponible en: http://hostaletspaleontologia.cat/ca/centre-restauracio-interpretacio-paleontologica/arees/area-de-paleontologia/
- BAARS, C., (diciembre 2010), DARE TO PREPARE? THE VALUE OF PREPARING AND SAMPLING HISTORICALLY IMPORTANT MUSEUM COLLECTIONS, Geological Curator Group, vol. 9, nº4
- BARTRINA, M. T., CABRERA, L., et al. (1992). Evolution of the central Catalan margin of the Valencia Trough. *Tectonophysics*, 203
- BENTON, M., (1990), Vertebrate palaeontology. London: Unwin Hyman

- BROWN, M. A., (2012), The development of "modern" palaeontological laboratory methods: a century of progress. Earth and Environmental Science Transactions of the Royal Society of Edinburgh, 103
- CABEZAS, E., (2002), La Tierra, un debate interminable (una historia de las ideas sobre el origen de la Tierra y el Principio de Uniformidad, Prensas Universitarias de Zaragoza
- CANUDO, J. I., (2002), Micropaleontología, Molina, E., Colección Textos Docentes
- Carbonato de calcio, qué es y para qué sirve. Carbonatocalcico.es. (2016). [online] Disponible en: http://www.carbonatocalcico.es/ [Visitado 24 mayo 2016].
- CORRAL, J. C., Técnicas aplicadas en la preparación de un cráneo cuaternario Panthera pardus (Linneo, 1758) de Ataun (cueva Allekoaitze, Guipúxcoa, España). Boletin Geológico y Minero.
- *Definición de Cuenca*. Definición ABC. (2016). [online] Disponible en: http://www.definicionabc.com/geografia/cuenca.php [Visitado 24 mayo 2016].
- *Diagénesis*. Es.wikipedia.org. (2016). [online] Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/Diag%C3%A9nesis [Visitado 24 mayo 2016].
- DOMÈNECH, R., MARTINELL, J., (1996), Introducción a los fósiles, Masson, SA. Barcelona
- FERNÁNDEZ, P., LACASA, E., (2009), CRITERIOS DE CONSERVACIÓN Y RESTAURACIÓN
   DEL PATRIMONIO PALEONTOLÓGICO, IV Congreso del GEIIC. Cáceres
- Formiato de calcio. Coast.pink. (2016). [online] Disponible en: http://coast.pink/formiato-calcio\_824892.html [Visitado 24 mayo 2016].
- Fósil» Placodermos. Fosil.com.es. (2016). [online] Disponible en: http://fosil.com.es/Placodermos.html [Visitado 24 mayo 2016].
- FULMER, M., Constantz, B., et al., (2006), Composición de fosfato tricálcico reactivo y sus aplicaciones, M.Ponti, A., NORIAN CORPORATION,
- GALLARGO, A., Preparación de restos fósiles de Cueva Victoria, Cartagena. Mastia,
   Revista del Museo Arqueológico Municipal de Cartagena.
- GÓMEZ, M. L., (1998), La restauración. Examen científico aplicado a la conservación de obras de arte. Cátedra. Madrid
- *Grupo Español IIC*. (2016). *Ge-iic.com*. Visitado 7 junio 2016, Disponible en: http://ge-iic.com/index.php?option=com\_fichast&Itemid=83&tasko=viewo&task=view2&id=66
- Guidelines for the Care of Natural History Collections, Society for the Preservation of Natural History Collections
- HALFAR, J., STENECK, ET. Al., (2008), Coralline red algae as high-resolution climate recorders. *Geol*, 36(6)

- HELLAWELL, J., Nicholas, C. J., (2012), Acid treatment effect on the stable isotopic signatures of fossils, Paleontology, vol. 55, parte 1
- HERMANN, A. (1909). *Modern laboratory methods in vertebrate paleontology*. [New York]: [Published by order of the Trustees, American Museum of Natural History].
- Hidroxiapatita. Salud180. (2016). [online] Disponible en: http://www.salud180.com/salud-z/hidroxiapatita [Visitado 24 mayo 2016].
- *Hidróxidos*. Formulacionquimica.com. (2016). [online] Disponible en: http://www.formulacionquimica.com/hidroxidos/ [Visitado 24 mayo 2016].
- JEPPSSON, L., Anehus, R., (1995). A buffered formic acid technique for conodont extraction, Journal of paleontology, v. 69, № 4
- JOHNSON, J.S., (1994), Consolidation of archaeological bone: a conservation perspective. *Journal of Field Archaeology*
- Journal of Paleontological Techniques. (2016). Jpaleontologicaltechniques.org. Visitado
   7 junio 2016, Disponible en: http://www.jpaleontologicaltechniques.org
- KUMMEL, B., RAUP, D., (1965), Handbook of paleontological techniques, Freeman,
- La Dolomita. Museo de Mineralogía de la UAM. Uam.es. (2016). [online] Disponible en: https://www.uam.es/cultura/museos/mineralogia/especifica/mineralesAZ/Dolomita/d olomita.html [Visitado 24 mayo 2016].
- La microscopía electrónica de barrido SEM (I) Concepto y usos. (2012). Patología Rehabilitación Edificios Materiales Construcción. Visitado 31 mayo 2016, Disponible en: http://www.patologiasconstruccion.net/2012/12/la-microscopia-electronica-de-barrido-sem-i-concepto-y-usos/
- La técnica de la goma laca. Elrestaurador.com. (2016). [online] Disponible en: http://www.elrestaurador.com/tecnicas-de-restauracion/la-tecnica-de-la-goma-laca [Visitado 24 mayo 2016].
- LINDSAY, W., (1986), *The acid Technique in Vertebrate Paleontology,* the Geological curator, vol. 4, nº7, Issue 1
- MARTÍN, A. M., (2012), Soluciones reguladoras de pH
- MARVEL, C. S., (2016). Introduccion a la Quimica Organica de Las Macromoleculas de Sintesis. Reverté, S. A. [online] Disponible en: https://books.google.es/books?id=Xaa4JrDJL4EC&pg=PA18&lpg=PA18&dq=glyptal&so urce=bl&ots=F1TgM0Xy5Y&sig=EDsG72l9F3SdrO4J8BOFsTkuS0o&hl=es&sa=X&ved=0a hUKEwjQkbHf99TMAhWLDxoKHXltDK4Q6AEISzAK#v=onepage&q=glyptal&f=false [Visitado 24 mayo 2016].

- Matriz (geología). Es.wikipedia.org. (2016). [online] Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/Matriz\_%28geolog%C3%ADa%29 [Visitado 24 mayo 2016].
- MATTEINI, M., (2001), La química en la restauración: los materiales del arte pictórico.
   Hondarribia: Nerea
- MAY, P., (1994), Vertebrate Paleontological Techniques vol 1., pág 113
- MC CRAE, C., POTZE, S., (mayo 2007), A fresh look at chemical fossil extraction, Palaeont.
   Afr.,
- Medir la composición isotópica del oxígeno de un fósil. Kerchak. (2016). [online]
   Disponible en: http://kerchak.com/medir-composicion-isotopica-de-un-fosil/ [Visitado 24 mayo 2016].
- *Mioceno*. Es.wikipedia.org. (2016). [online] Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/Mioceno [Visitado 24 mayo 2016].
- MOROS, A., et al., Investigación y desarrollo de la técnica de inmersión en ácido aplicada a la preparación de vertebrados fósiles., Paleoymas, universidad de Braunschweig, universidad de Zaragoza
- PAÍSES, T. (diciembre de 2014), Los trabajos de conservación-restauración en el laboratorio del Museo de Prehistoria de Valencia: problemática de las antiguas intervenciones pH investigación [en línea], n.º 3 http://www.iaph.es/phinvestigacion/index.php/phinvestigacion/article/view/62
- Polímeros sintéticos. Textoscientificos.com. (2013). [online] Disponible en: http://www.textoscientificos.com/polimeros/sinteticos [Visitado 24 mayo 2016].
- Preparación. ICP (2016). [online] Icp.cat. Disponible en: http://www.icp.cat/index.php/es/coleccion/preparacion-conservacion [Visitado 24 mayo 2016].
- *Protonación*. Es.wikipedia.org. (2016). [online] Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/Protonaci%C3%B3n [Visitado 24 mayo 2016].
- reacciones de neutralización. (2016) (1st ed., p. pág. 1). Disponible en: http://www.ibero.mx/campus/publicaciones/quimanal/pdf/5reaccionesneutralizacion. pdf
- Resina acrílica Paraloid B 72 (1 litro). (2016). Barna-art.com. Visitado 7 junio 2016,
   Disponible en: http://www.barna-art.com/lascaux-productos-de-conservacion/resina-acrilica-paraloid-b-72

- REYES, C., ANDRADE, J. L., (2007). LOS ISÓTOPOS ESTABLES DEL HIDRÓGENO Y EL OXÍGENO EN LOS ESTUDIOS ECOFISIOLÓGICOS DE PLANT AS. [ebook] Unidad de Recursos Naturales, Centro de Investigación Científica de Yucatán, Mérida, México.: Bol.Soc.Bot.Méx. 80: (2007). Disponible en: http://www.redalyc.org/pdf/577/57780003.pdf [Accessed 24 May 2016].
- Roca sedimentaria. Es.wikipedia.org. (2016). [online] Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/Roca\_sedimentaria [Visitado 24 mayo 2016].
- Rodeados de química: Carbonatos. Rodeadosdequimica.blogspot.com.es. (2011).
   [online] Disponible en: http://rodeadosdequimica.blogspot.com.es/2011/06/carbonatos.html [Visitado 24 mayo 2016].
- RUTZKY, I. S., ELVERS, W. B., KELLNER, A., (1994), *Chemical preparation Techniques*, editado por Patrick Leiggi, May, P., Vertebrate Paleontological Techniques vol 1.
- SCOTT, J., (1975), Introducción a la PALEONTOLOGÍA, traducido por Meléndez, G.,
   Paraninfo, Madrid
- SHELTON, S. Y., (1994), Paleontology and conservation, Patrick Leiggi, May, P., Vertebrate Paleontological Techniques vol 1.
- SOUR, F., RIVERA, S., (1997), *La Paleontología y el estudio de la vida en el pasado*, Paleontología, García, P., et al., las prensas de ciencias
- Subfósil, Lasaludfamiliar.com. (2016). [online] Disponible en: http://lasaludfamiliar.com/caja-de-cerebro/conocimiento-5057.html [Visitado 24 mayo 2016].
- ULLOA, J. A., (2013), Nueva especie de Ornithocheiroidea (Pterosauria, Pterodactyloidea)
   del Barremiense (Cretácico Inferior) de la Península Ibérica, Universidad de Zaragoza
- Universidad Autónoma de Madrid. (2016). Uam.es. Visitado 31 mayo 2016, Disponible
   en:
   https://www.uam.es/ss/Satellite/es/1242668321277/1242666559037/UAM Laborato
  - https://www.uam.es/ss/Satellite/es/1242668321277/1242666559037/UAM\_Laborato rio\_FA/laboratorio/Laboratorio\_de\_Microscopia\_de\_Barrido\_y\_Analisis\_por\_Energia\_Dispersiva\_de\_Rayos\_X.htm
- VAL, S., et al. (septiembre 2014), Preliminary results on the chemical preparation of dinosaur eggshells, Journal of Paleontological Techniques, № 13
- VELÁZQUEZ, Mª D. L. L., ORDORICA, M. A., Ácidos, Bases, pH y soluciones Reguladoras,
- WHYBROW, P. j., (1985), A History of Fossil Collecting and Preparation Techniques,
   Department of Palaeontology British Museum (Natural History)

- Yacimiento paleontológico. Es.wikipedia.org. (2016). [online] Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/Yacimiento\_paleontol%C3%B3gico [Visitado 24 mayo 2016].
- ¿Qué es la lonización? Sabyeco. (2013). [online] Disponible en: https://sabyeco.wordpress.com/agua-alcalina/que-es-la-ionizacion/ [Visitado 24 mayo 2016].

## 13. Glosario

**ÁCIDO DÉBIL:** Ácido que al encontrarse en una disolución acuosa no se disocia completamente, liberando una pequeña parte de sus iones<sup>81</sup>,<sup>82</sup>.

**ÁCIDO FUERTE:** Ácido que al encontrarse en una disolución acuosa se disocia casi en su totalidad o completamente con el fin de ganar electrones<sup>83</sup>,<sup>84</sup>.

**ÁCIDO MONOCLOROACÉTICO**: Compuesto químico con formula CICH<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>H. Ácido carboxílico, potencialmente peligroso agente de alquilación. Utilizado como Agente pesticida, colorantes, conservantes y fármacos<sup>85</sup>.

**ANIÓN CARBONATO:** Es el elemento común en las sales, CO  $_3$  -2 . Se trata de un ion con carga negativa que ha ganado electrones<sup>86</sup>.

**CARBONATO:** Sal perteneciente al ácido carbónico o éster con el grupo R-O-C (=O)-O-R. Poco soluble en agua. De los más comunes el carbonato cálcico (CaCO3), presente en minerales como la calcita o en rocas como la caliza. Es a menudo el cemento natural de algunas areniscas<sup>87</sup>.

**CARBONATO DE CALCIO:** Compuesto químico con formula CaCO3. Sustancia muy abundante en la naturaleza. Es el elemento principal de minerales como la calcita o el aragonito y de rocas como la caliza o el mármol. Forma parte de estructuras geológicas y de origen orgánico de naturaleza caliza como las calcáreas<sup>88</sup>.

**CONODONTOS**: Incluidos entre los animales cordados, los conodontos fueron un pequeño grupo marino de cuerpo blando y alargado que vivieron en el Paleozoico y el Triásico. Se trata de uno de los grupos de microfósiles más importantes para la bioestratigrafía del Paleozoico

<sup>82</sup> Ácidos/bases fuertes/débiles. Ácido - Base. (2009). [online] Disponible en: https://lctbacidobase.wordpress.com/acidosbases-fuertesdebiles/ [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>&</sup>lt;sup>81</sup> Velázquez, M. D. L, Ordorica, M. A., Ácidos, Bases, pH y Soluciones Reguladoras, Pág. 3

<sup>83</sup> Velázquez, Ordorica, op. cit., Ácidos, Bases, pH y Soluciones Reguladoras, Pág. 3

<sup>&</sup>lt;sup>84</sup> Ácido fuerte. Es.wikipedia.org. (2016). [online] Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/%C3%81cido\_fuerte [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>85</sup> Ácido cloroacético. Es.wikipedia.org. (2016). [online] Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/%C3%81cido cloroac%C3%A9tico [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>&</sup>lt;sup>86</sup> Rodeados de química: Carbonatos. Rodeadosdequimica.blogspot.com.es. (2011). [online] Disponible en: http://rodeadosdequimica.blogspot.com.es/2011/06/carbonatos.html [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>&</sup>lt;sup>87</sup> Rodeados de química: Carbonatos. Rodeadosdequimica.blogspot.com.es. (2011). [online] Disponible en: http://rodeadosdequimica.blogspot.com.es/2011/06/carbonatos.html [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>&</sup>lt;sup>88</sup> Carbonato de calcio, qué es y para qué sirve. Carbonatocalcico.es. (2016). [online] Disponible en: http://www.carbonatocalcico.es/ [Visitado 24 mayo 2016].

debido a su diversidad y abundancia en rocas marinas. Son utilizados como termómetros geotérmicos a partir del color de la roca en la cual se encuentra<sup>89</sup>.

**CUENCA NEÓGENA:** Depresión geográfica formada durante el periodo del Neógeno (Era Cenozoica, 23,03 M.a- 2,588 M.a) que hace que el territorio vaya perdiendo altura a medida que se acerca al mar o a una laguna<sup>90</sup>.

**DIAGÉNESIS:** Proceso de formación de una roca sedimentaria a partir de sedimentos sueltos que sufren un proceso de compactación y cementación. Se produce en el interior de los primeros 5 kilómetros de la corteza terrestre a temperaturas inferiores a 150-200 °C. La mayoría de las veces la consolidación de los sedimentos se debe a la infiltración de las aguas que contienen sustancias disueltas<sup>91</sup>.

**DOLOMITA:** Mineral compuesto de carbonato de calcio y magnesio [CaMg(CO3)2]. Se produce una sustitución por intercambio iónico del calcio por magnesio en la roca caliza. Mineral principal en dolomías. La dolomía es una roca sedimentaria de origen químico compuesta básicamente por dolomita<sup>92</sup>.

**FIRMAS ISOTÓPICAS DE OXÍGENO:** Se le denomina al valor  $\delta$  de una sustancia (por ejemplo, agua de una hoja, lluvia, celulosa). En paleontología se utiliza la información extraída de la biopatita, la cual contiene oxígeno en el grupo fosfato y en el grupo carbonatos, para calcular mediante ecuaciones el  $\delta$ 18O y así conocer la distribución de los isótopos y poder calcular el agua ingerida por un animal y su temperatura corporal<sup>93</sup>. Los registros de  $\delta$ <sup>18</sup>O responden a cambios en temperatura y volumen de hielo<sup>94</sup>. A partir de esta información se puede obtener mucha información sobre el hábitat y el modo de vida del ejemplar<sup>95</sup>.

**FORMIATO DE CALCIO:** Ca (HCOO)2. Sal sódica muy soluble en agua, procedente del ácido fórmico: formiato. Posee propiedades similares a otros formiatos. Se suele encontrar

90 Definición de Cuenca. Definición ABC. (2016). [online] Disponible en: http://www.definicionabc.com/geografia/cuenca.php [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>89</sup> Canudo, J. I., Molina, E., Micropaleontología, (Editor), colección de textos docentes, 2002. 437-439

<sup>&</sup>lt;sup>91</sup> Diagénesis. Es.wikipedia.org. (2016). [online] Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/Diag%C3%A9nesis [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>&</sup>lt;sup>92</sup> La Dolomita. Museo de Mineralogía de la UAM. Uam.es. (2016). [online] Disponible en: https://www.uam.es/cultura/museos/mineralogia/especifica/mineralesAZ/Dolomita/dolomita.html [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>&</sup>lt;sup>93</sup> *Medir la composición isotópica del oxígeno de un fósil.* Kerchak. (2016). [online] Disponible en: http://kerchak.com/medir-composicion-isotopica-de-un-fosil/ [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>94</sup> HALFAR, J., STENECK, ET. Al, (2008). Coralline red algae as high-resolution climate recorders. Geol, 36(6), p.463.

<sup>&</sup>lt;sup>95</sup> REYES, C., ANDRADE, J. L., (2007). LOS ISÓTOPOS ESTABLES DEL HIDRÓGENO Y EL OXÍGENO EN LOS ESTUDIOS ECOFISIOLÓGICOS DE PLANT AS. [ebook] Unidad de Recursos Naturales, Centro de Investigación Científica de Yucatán, Mérida, México.: Bol.Soc.Bot.Méx. 80: 19-28 (2007). Disponible en: http://www.redalyc.org/pdf/577/57780003.pdf [Visitado 24 mayo 2016].

comercializado en forma de polvo cristalino blanco. Su solubilidad permite que sea empleado como una fuente de aniones "formiato": HCOO- así como de calcio. Es muy raro encontrarlo en forma mineral y, de hacerlo, se denomina formicaita<sup>96</sup>.

**GLYPTAL:** Resina alquídica con estructura tridimensional que no se funde, compuesta por glicerina y anhídrido ftálico. Polimeriza irreversiblemente bajo calor o presión formando una masa dura y rígida. Se emplea como barniz de superficies y pinturas orgánicas <sup>97</sup>.

**GOMA LACA:** sustancia orgánica obtenida a partir de la secreción resinosa del gusano/cochinilla de la laca (Laccifer lacca)<sup>98</sup>. Utilizada como barniz.

**HIDROXIAPATITA:** Formado por fosfato de calcio cristalino ( $Ca_5(PO_4)_3(OH)$ ) o  $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ . Representa un depósito del 99% del calcio corporal y el 80% del fósforo total. Constituye alrededor del 60% del peso seco del tejido óseo. El esmalte que cubre los dientes coniente hidroxiapatita. Es muy poco soluble, se disuelve en ácidos<sup>99</sup>.

**HIDRÓXIDO:** Grupo de compuestos químicos formados por un metal y varios aniones hidroxilos. Combinación que deriva del agua por sustitución de uno de sus átomos de hidrogeno por un metal, presente en muchas bases. Las disoluciones acuosas de los hidróxidos tienen carácter básico, ya que estos se disocian en el catión metálico y los iones de hidróxido<sup>100</sup>.

**ICP:** Acrónimo utilizado para hacer referencia al *Institut Català de Paleontologia Miquel Crusafont*.

**IONIZACIÓN**: Fenómeno químico o físico mediante el cual se producen iones debido al exceso o falta de electrones respecto a un átomo o molécula neutra<sup>101</sup>.

<sup>&</sup>lt;sup>96</sup> Formiato de calcio. Coast.pink. (2016). [online] Disponible en: http://coast.pink/formiato-calcio\_824892.html [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>&</sup>lt;sup>97</sup> MARVEL, C. S., (2016). *Introduccion a la Quimica Organica de Las Macromoleculas de Sintesis*. Reverté, S. A. [online] Disponible en:

https://books.google.es/books?id=Xaa4JrDJL4EC&pg=PA18&lpg=PA18&dq=glyptal&source=bl&ots=F1TgM0Xy5Y&sig=EDsG72l9F3SdrO4J8BOFsTkuS0o&hl=es&sa=X&ved=0ahUKEwjQkbHf99TMAhWLDxoKHXltDK4Q6AEISzAK#v=onepage&q=glyptal&f=false [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>&</sup>lt;sup>98</sup> La técnica de la goma laca. Elrestaurador.com. (2016). [online] Disponible en: http://www.elrestaurador.com/tecnicas-de-restauracion/la-tecnica-de-la-goma-laca [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>&</sup>lt;sup>99</sup> *Hidroxiapatita*. Salud180. (2016). [online] Disponible en: http://www.salud180.com/salud-z/hidroxiapatita [Visitado 24 mayo 2016].

Hidróxidos. Formulacionquimica.com. (2016). [online] Disponible en http://www.formulacionquimica.com/hidroxidos/ [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>&</sup>lt;sup>101</sup> ¿Qué es la lonización?</sup> Sabyeco. (2013). [online] Disponible en: https://sabyeco.wordpress.com/agua-alcalina/que-es-la-ionizacion/ [Visitado 24 mayo 2016].

**MÁQUINA DE CHORRO DE ARENA:** Herramienta utilizada para realizar limpiezas superficiales a través de la abrasión causada por el impacto de partículas de arena disparadas por una pistola con aire a alta presión.

**MATRIZ:** Material intersticial que rodea a otras partículas. En paleontología es el sedimento que rodea al fósil. Este puede encontrarse de forma arcillosa o concrecionada <sup>102</sup>.

**MIOCENO**: Cuarta época geológica de la era Cenozoica y la primera época del periodo Neógeno. Comprende un periodo de tiempo desde hace 23, 03 millones de años hasta 5,332 millones de años<sup>103</sup>.

**MOMIA:** Recubrimiento del fósil que realiza la función de protección durante su transporte. Formado por espuma de poliuretano o yeso. De interior a exterior podemos encontrar: el fósil, su matriz, papel de aluminio, espuma de poliuretano, cartón, cinta adhesiva industrial. Este bloque evita que sufra movimientos durante el transporte, mejorando su estabilidad y evitando crear tensiones en el fósil.

**PLACODERMOS:** Clase extinta de pez primitivo. Fueron los primeros vertebrados con mandíbula. Aparecieron hace 416 millones de años desapareciendo hace 359 millones de años <sup>104</sup>.

**POLÍMEROS SINTÉTICOS:** Macromoléculas conformadas por la unión de monómeros, obtenidos de forma artificial<sup>105</sup>.

**PREPARACIÓN DE RESTOS PALEONTOLÓGICOS:** Dícese de los procesos realizados por los preparadores para garantizar la correcta preservación de los restos fósiles. Estos trabajos tienen como finalidad mantener las propiedades físicas/morfológicas y la estabilidad química de los ejemplares tratados a lo largo del tiempo<sup>106</sup>.

**PROTONACIÓN:** Adición de un protón (H+) a un átomo, molécula o ion. Se trata de la reacción química más fundamental. Ocurre en muchas reacciones ácido-base<sup>107</sup>.

<sup>102</sup> *Matriz* (geología). Es.wikipedia.org. (2016). [online] Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/Matriz %28geolog%C3%ADa%29 [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>&</sup>lt;sup>103</sup> *Mioceno*. Es.wikipedia.org. (2016). [online] Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/Mioceno [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>&</sup>lt;sup>104</sup> Fósil» Placodermos. Fosil.com.es. (2016). [online] Disponible en: http://fosil.com.es/Placodermos.html [Accessed 24 May 2016].

<sup>&</sup>lt;sup>105</sup> *Polímeros sintéticos*. Textoscientificos.com. (2013). [online] Disponible en http://www.textoscientificos.com/polimeros/sinteticos [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>&</sup>lt;sup>106</sup> Preparación. ICP (2016). [online] lcp.cat. Disponible en: http://www.icp.cat/index.php/es/coleccion/preparacion-conservacion [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>&</sup>lt;sup>107</sup> *Protonación*. Es.wikipedia.org. (2016). [online] Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/Protonaci%C3%B3n [Visitado 24 mayo 2016].

**ROCA SEDIMENTARIA:** rocas formada por la acumulación de sedimentos, los cuales presentan partículas de diversa granulometría, transportadas por el agua, hielo o aire y sometidas a procesos de diagénesis, dando lugar a materiales consolidados<sup>108</sup>.

**SUBFÓSIL:** Referente a los restos de un organismo viviente, el cual presenta un proceso de fosilización incompleto, ya sea por falta de tiempo o por condiciones adversas en su enterramiento. Éstos, contienen más material orgánico que el fosilizado<sup>109</sup>.

**YACIMIENTO PALEONTOLÓGICO:** Localidad en cuyas rocas se ha conservado de manera natural una cantidad significativa de fósiles y de evidencias del pasado biológico. También conocido como yacimiento fosilífero, al tratarse de lugares que presentan una variedad de capas de diferentes edades geológicas, cada nivel debería considerarse como un yacimiento diferente al anterior<sup>110</sup>.

Roca sedimentaria. Es.wikipedia.org. (2016). [online] Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/Roca sedimentaria [Visitado 24 mayo 2016].

<sup>&</sup>lt;sup>109</sup> Subfósil, Lasaludfamiliar.com. (2016). [online] Disponible en: http://lasaludfamiliar.com/caja-decerebro/conocimiento-5057.html [Visitado 24 mayo 2016].

Yacimiento paleontológico. Es.wikipedia.org. (2016). [online] Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/Yacimiento paleontol%C3%B3gico [Visitado 24 mayo 2016].

# 14. Anexo

# Organización para la realización de las fotografías de la muestra

- Primero se realizará unas fotografías de las muestras en general antes del proceso tanto del fósil como del diente.
- 2. Se realizarán cuatro fotografías mediante microscopio estereoscópico en las zonas de muestreo, dos en los sedimentos y cuatro en el diente antes del proceso. También se realizarán cuatro fotografías en detalle (o las necesarias) en las zonas de muestreo, dos en los sedimentos y cuatro en el diente.
- 3. Se realizará la preparación del ácido para llevarlo al laboratorio.
- 4. Se realizarán cuatro fotografías mediante microscopio electrónico como mínimo en las cuatro zonas de muestreo del fósil antes de la prueba.
- 5. Se le aplicará el ácido a la muestra fósil.
- Se realizarán cuatro fotografías mediante microscopio electrónico como mínimo en las muestras "diente" antes del proceso.
- 7. Se les aplicará a las muestras diente el ácido.
- 8. Se realizarán cuatro fotos mediante microscopio electrónico como mínimo al fósil en las zonas de muestreo tras el análisis.
- 9. Se realizarán cuatro fotos mediante microscopio electrónico como mínimo al diente tras el proceso.
- 10. Se neutralizará el fósil.
- Posteriormente se realizarán seis fotografías macroscópicas en las zonas de muestreo en ambas muestras.
- 12. Se neutralizará las muestras diente.
- 13. Se realizarán dos fotografías generales tras el proceso.
- 14. Se realizarán cuatro fotografías mediante microscopio estereoscópico en las zonas de muestreo, dos en los sedimentos y cuatro en el diente tras el proceso. También se realizarán cuatro fotografías en detalle (o las necesarias) en las zonas de muestreo, dos en los sedimentos y cuatro en el diente.