División de Ciencias Básicas e Ingeniería

Maestría en Ciencias e Ingeniería de Materiales

EVALUACIÓN DE LA HUMEDAD RELATIVA Y TEMPERATURA COMO FACTORES EN EL
PROCESO SOL-GEL DE NANOMATERIALES PARA CONSERVACIÓN DE ROCA

TESIS

Que presenta

I.Q. DANIEL MELÉNDEZ GARCÍA

Para obtener el grado de

Maestro en Ciencias e Ingeniería de Materiales

Asesores

Dr. Juan Francisco Illescas Salinas

Dra. Julia Aguilar Pliego

Octubre, 2017

CEP

Este trabajo es dedicado con todo mi corazón a mis padres.....

Los amo

Este trabajo de investigación nació de un acto de generosidad que es exclusivo de personas predispuestas a ayudar al prójimo; personas que, de forma altruista, hacen crecer a desconocidos –andaluces locos– gracias a su natural confianza en el ser humano; personas con duende que transmiten alegría y esperanza; personas como el Dr. Pedro Bosch.

¡Gracias, Pedro!

Agradecimientos Técnicos

Al **CONSEJO NACIONAL DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA** por la concesión de una Beca Nacional de Posgrado (convocatoria 2015) que me ha permitido cursar la “Maestría en Ciencias e Ingeniería de Materiales” perteneciente al Programa de Posgrado del Departamento de Ciencias Básicas, de la Universidad Autónoma Metropolitana – Unidad Azcapotzalco; así como por la aprobación de una beca para realizar una estancia de investigación en la Universidad de Cádiz (UCA).

A la **Dra. NORA A. PÉREZ** por su continuo apoyo profesional en el desarrollo de este proyecto. Importantes logros de este trabajo se deben a su colaboración. **COORDINACIÓN NACIONAL DE CONSERVACIÓN DEL PATRIMONIO CULTURAL – INAH** (Proyectos **CONACyT-INFRA 225845** e **INAH 11852**).

Al **M. en D. I. DIEGO VALADEZ** por su liderazgo indispensable en la última etapa de optimización de los sistemas de control. **LASCA ESTUDIO**.

A la **Dra. SILVIA CORONA** y al **Dr. MARIO ROMERO** por la cesión desinteresada de un espacio en el Laboratorio Interdisciplinario de Electroquímica e Ingeniería de los Materiales (Área de Ingeniería de Materiales), donde se situaron los sistemas de control durante la segunda etapa de este trabajo. **DEPARTAMENTO DE CIENCIA BÁSICAS – UAM AZCAPOTZALCO**.

Al **Dr. RAMÓN ZÁRRAGA** por su rapidez y eficacia en la realización de los ensayos de Fisisorción de Nitrógeno. **DEPARTAMENTO DE QUÍMICA – UGTO**.

Al **Dr. NICOLÁS DE LA ROSA** por su asesoría en la realización de los ensayos de Compresión Uniaxial. **DEPARTAMENTO DE FÍSICA DE LA MATERIA CONDENSADA – UCA**.

A la **Dra. MARÍA JESÚS MOSQUERA** por permitir medir las variaciones cromáticas provocadas por los tratamientos, así como los ángulos de contacto de microgotas de agua. **DEPARTAMENTO DE QUÍMICA FÍSICA – UCA**.

Al **Dr. JAVIER REYES** por su ayuda en la determinación de los valores de dureza Leeb de las superficies de roca. **CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN CORROSIÓN – UAC** (Proyecto **LANCIC LN 279740**).

A la **M. en C. JAQUELINE CAÑETAS** por su labor en la captura de imágenes mediante Microscopía Electrónica de Barrido. **INSTITUTO DE FÍSICA – UNAM** (Proyecto **LANCIC LN 278740**).

A la M. en D. I. ANA PENICHE por el préstamo de un capelo para la construcción del sistema de control Cw_2 . ESCUELA NACIONAL DE CONSERVACIÓN, RESTAURACIÓN Y MUSEOGRAFÍA "MANUEL DEL CASTILLO NEGRETE" – INAH.

Agradecimientos Personales

Agradezco fuertemente a mis padres, quienes siempre han estado conmigo y me han apoyado en cada etapa de mi vida.

Un agradecimiento especial a mis asesores, la Dra. Julia Aguilar y el Dr. Juan Illescas, de quienes he aprendido mucho a lo largo de este proyecto, muchas gracias por todos los momentos compartidos.

A la alumna de la Licenciatura en Restauración Alma Ruiz, por todo su apoyo profesional, se ha convertido en una gran amiga.

A las personas que hicieron de este posgrado algo especial: Aldo, Karina, Carolina, Adrián, Lenin, Ricardo, Olivia e Itzel.

A mis amigos de toda la vida: Mayra, Misael y Yonathan.

Índice general

RESUMEN	xiii
1 INTRODUCCIÓN	16
1.1 LA TOBA VOLCÁNICA EN MÉXICO	19
1.2 PROYECTOS DE CONSERVACIÓN-RESTAURACIÓN.....	21
1.3 PRODUCTOS PARA CONSERVACIÓN Y RESTAURACIÓN	24
1.3.1 CONSOLIDACIÓN.....	24
1.3.2 HIDROFUGACIÓN.....	27
2 ANTECEDENTES Y ESTADO DEL ARTE	36
2.1 ALCOXISILANOS EN RESTAURACIÓN-CONSERVACIÓN	37
2.2 EL PROCESO SOL-GEL EN ALCOXISILANOS.....	38
2.2.1 FACTORES EN EL PROCESO SOL-GEL.....	40
2.3 NANOMATERIALES OBJETO DEL PRESENTE ESTUDIO.....	44
3 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	52
3.1 JUSTIFICACIÓN	54
3.2 HIPÓTESIS	54
4 OBJETIVOS.....	55
4.1 OBJETIVO GENERAL.....	56
4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	56
5 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	57
5.1 DESARROLLO DE LOS SISTEMAS DE CONTROL.....	59
5.1.1 DISEÑO DE LOS SISTEMAS DE CONTROL.....	61
5.1.2 IMPLEMENTACIÓN DE LA PLATAFORMA ARDUINO	62
5.1.3 DESARROLLO DE LA ESTACIÓN DE MEDICIÓN Y CONTROL AMBIENTAL.....	62
5.1.4 CONSTRUCCIÓN DE LOS SISTEMAS DE CONTROL.....	65
5.2 PREPARACIÓN Y EXPOSICIÓN DE LAS MUESTRAS.....	68
5.2.1 SELECCIÓN DEL MATERIAL PÉTREO.....	68
5.2.2 SÍNTESIS DE NANOMATERIALES	68
5.2.3 EXPOSICIÓN DE LAS MUESTRAS	71
5.3 CARACTERIZACIÓN DE NANOMATERIALES	73
5.3.1 TIEMPOS DE GELIFICACIÓN Y SECADO, Y EXAMEN VISUAL.....	73
5.3.2 REDUCCIÓN DE VOLUMEN DE LOS GELES	73

5.3.3 ENSAYO DE COMPRESIÓN UNIAxIAL	73
5.3.4 FISISORCIÓN DE NITRÓGENO	75
5.4 EVALUACIÓN DE TRATAMIENTOS.....	75
5.4.1 INTERACCIÓN ROCA-TRATAMIENTOS.....	75
5.4.2 EFICACIA CONSOLIDANTE	81
5.4.3 EFICACIA HIDROFUGANTE	83
6 RESULTADOS	88
6.1 CARACTERIZACIÓN DE NANOMATERIALES	90
6.2 INTERACCIÓN ROCA-TRATAMIENTOS.....	115
6.2.1 ESTUDIO MINERALÓGICO Y TEXTURAL.....	115
6.2.2 APLICACIÓN Y SECADO DE PRODUCTOS	118
6.2.3 POSIBLES CAMBIOS CROMÁTICOS	137
6.3 EFICACIA CONSOLIDANTE.....	139
6.4 EFICACIA HIDROFUGANTE	141
7 CONCLUSIONES	151
ANEXOS.....	152
A CONTROL DE LA TEMPERATURA Y HUMEDAD RELATIVA DEL EMCA.....	159
B DISTRIBUCIONES DE TAMAÑO DE PORO OBTENIDOS EN LOS ENSAYOS DE ADSORCIÓN DE NITRÓGENO.....	162
C PRODUCTOS RECOMENDADOS PARA SU APLICACIÓN DE ACUERDO A LAS CONDICIONES CLIMATICAS.....	165
D FICHAS TÉCNICAS DE LOS REACTIVOS UTILIZADOS Y DEL CONSOLIDANTE TEGOVAKON V100.....	163

Índice de figuras

FIGURA 1.1 MAPA DE LAS PRINCIPALES ZONAS ARQUEOLÓGICAS EN MÉXICO (INAH). ⁵	19
FIGURA 1.2 ELEMENTOS PATRIMONIALES MEXICANOS CONSTRUIDOS CON TOBA VOLCÁNICA: A) ZONA ARQUEOLÓGICA DE PLAZUELAS, GUANAJUATO; B) CATEDRAL DE LA CIUDAD DE MORELIA; Y C) CATEDRAL DE LA CIUDAD DE ZACATECAS.	20
FIGURA 1.3 ESTRUCTURAS MONUMENTALES MEXICANAS DETERIORADAS POR DIFERENTES PROCESOS.	22
FIGURA 1.4 ÁNGULO DE CONTACTO Y TENSIONES INTERFACIALES EN EL SISTEMA DE MOJADO.	28
FIGURA 1.5 CONTACTO DE UNA MICROGOTA DE AGUA SOBRE UNA SUPERFICIE RUGOSA; A) MODELO DE WENZEL, B) MODELO DE CASSIE-BAXTER. ³⁵	29
FIGURA 1.6 ÁNGULOS DE CONTACTO OBSERVABLES DE AVANCE Y RETROCESO: A) REPRESENTACIÓN DE UNA GOTA INCLINADA, B) DISMINUCIÓN DE VOLUMEN POR SUCCIÓN DE AGUA, PROVOCANDO DISMINUCIÓN DEL ÁREA MOJADA, C) AUMENTO DE VOLUMEN POR ADMINISTRACIÓN DE AGUA, PROVOCANDO AUMENTO DEL ÁREA MOJADA.	30
FIGURA 2.1 XEROGELES LIBRES DE FRACTURA OBTENIDOS EN LA UNIVERSIDAD DE CÁDIZ. ³⁴	46
FIGURA 2.2 EFECTO TAMIZ MOLECULAR EN NANOMATERIALES MESOESTRUCTURADOS, UTILIZANDO UN TENSIÓACTIVO NO IÓNICO COMO PLANTILLA. ³⁵	47
FIGURA 5.1 ETAPAS DEL TRABAJO DE INVESTIGACIÓN.	58
FIGURA 5.2 PROTOTIPO EMCA (ELABORACIÓN DE LASCA ESTUDIO)	63
FIGURA 5.3 INTERFAZ FÍSICA EMCA: A) CARCASA CON PLACA ARDUINO Y SENSORES DE TEMPERATURA Y HUMEDAD RELATIVA, B) PANTALLA LCD CON DATOS EN TIEMPO REAL DEL CLIMA SEMISECO.	64
FIGURA 5.4 HUMIDIFICADOR FABRICADO MEDIANTE IMPRESIÓN 3D.	65
FIGURA 5.5 SISTEMAS DE CONTROL QUE REPRODUCEN CONDICIONES DE CLIMA TEMPLADO SUBHÚMEDO, SEMISECO Y TEMPLADO HÚMEDO.	66
FIGURA 5.6 SISTEMAS DE CONTROL QUE REPRODUCEN CONDICIONES DE CLIMAS TROPICALES SUBHÚMEDOS.	67
FIGURA 5.7 PROBETA DE ROCA CEDIDA POR LA CNCPC-INAH.	68
FIGURA 5.8 TRASVASE A VIALES Y APLICACIÓN DE PRODUCTOS SOBRE PROBETAS DE ROCA.	72
FIGURA 5.9 MUESTRAS EXPUESTAS EN DIFERENTES SISTEMAS DE CONTROL.	72
FIGURA 5.10 EQUIPO AUTOGRAPH AG-I, DE SHIMADZU CORPORATION.	74
FIGURA 5.11 EQUIPO DE FISISORCIÓN DE NITRÓGENO, MODELO TRISTAR II PLUS, DE MICROMERITICS.	75
FIGURA 5.12 MICROSCOPIO PETROGRÁFICO PRIMOTECH, DE ZEISS.	76
FIGURA 5.13 MICROSCOPIO DIGITAL MiSCOPE, DE ZARBECCO LLC.	78
FIGURA 5.14 MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO MODELO TM3030PLUS DE HITACHI.	79
FIGURA 5.15 ZONAS DE ANÁLISIS EN PROBETA DE ROCA.	80
FIGURA 5.16 COLORÍMETRO ESPECTROFOTÓMETRO MODELO ESFERA COLORFLEX.	81
FIGURA 5.17 DURÓMETRO PORTÁTIL EQUOTIP® 550, DE PROCEQ.	82
FIGURA 5.18 EQUIPO OCA 15 PLUS, DE DATAPHYSICS INSTRUMENTS.	84
FIGURA 6.1 ASPECTO MACROSCÓPICO DE LOS GELES OBTENIDOS A PARTIR DEL PRODUCTO T-20.	96
FIGURA 6.2 ASPECTO MACROSCÓPICO DE LOS GELES OBTENIDOS A PARTIR DEL PRODUCTO T-40.	97
FIGURA 6.3 ASPECTO MACROSCÓPICO DE LOS GELES OBTENIDOS A PARTIR DEL PRODUCTO T-10P20.	98
FIGURA 6.4 ASPECTO MACROSCÓPICO DE LOS GELES OBTENIDOS A PARTIR DEL PRODUCTO TS3.	99
FIGURA 6.5 ASPECTO MACROSCÓPICO DE LOS GELES OBTENIDOS A PARTIR DEL PRODUCTO TV100.	100

FIGURA 6.6 ISOTERMAS DE ADSORCIÓN-DESORCIÓN OBTENIDAS A PARTIR DEL PRODUCTO T-20.....	107
FIGURA 6.7 ISOTERMAS DE ADSORCIÓN-DESORCIÓN OBTENIDAS A PARTIR DEL PRODUCTO T-40.....	109
FIGURA 6.8 ISOTERMAS DE ADSORCIÓN-DESORCIÓN OBTENIDAS A PARTIR DEL PRODUCTO T-10P20.....	110
FIGURA 6.9 ISOTERMAS DE ADSORCIÓN-DESORCIÓN OBTENIDAS A PARTIR DEL PRODUCTO T-S3.....	112
FIGURA 6.10 ISOTERMAS DE ADSORCIÓN-DESORCIÓN OBTENIDAS A PARTIR DEL PRODUCTO TV-100.....	113
FIGURA 6.11 IMAGEN DE LÁMINA DELGADA QUE MUESTRA LA GRAN CANTIDAD DE MINERALES OPACOS, FENOCRISTALES ANGULOSOS Y FRAGMENTOS DE ROCA. HA SIDO OBTENIDA A 40X MEDIANTE MICROSCOPIA ÓPTICA EN CONDICIONES DE LUZ TRANSMITIDA (NICOLÉS PARALELOS).....	117
FIGURA 6.12 SUPERFICIES DE ROCA SIN TRATAR. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCÓPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	118
FIGURA 6.13 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO T-20 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA TROPICAL SUBHÚMEDO AW'. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCÓPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	122
FIGURA 6.14 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO T-20 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA TROPICAL SUBHÚMEDO AW. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCÓPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	122
FIGURA 6.15 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO T-20 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA TEMPLADO SUBHÚMEDO. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCÓPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	123
FIGURA 6.16 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO T-20 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA SEMISECO. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCÓPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	124
FIGURA 6.17 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO T-20 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA TEMPLADO HÚMEDO. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCÓPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	125
FIGURA 6.18 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO T-10P20 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA TROPICAL SUBHÚMEDO AW'. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCÓPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	126
FIGURA 6.19 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO T-10P20 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA TROPICAL SUBHÚMEDO AW. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCÓPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	126
FIGURA 6.20 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO T-10P20 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA TEMPLADO SUBHÚMEDO. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCÓPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	127
FIGURA 6.21 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO T-10P20 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA SEMISECO. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCÓPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	128
FIGURA 6.22 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO T-10P20 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA TEMPLADO HÚMEDO. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCÓPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	128

FIGURA 6.23 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO TS3 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA TROPICAL SUBHÚMEDO AW'. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCOPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.	129
FIGURA 6.24 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO TS3 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA TROPICAL SUBHÚMEDO AW. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCOPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.	130
FIGURA 6.25 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO TS3 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA TEMPLADO SUBHÚMEDO. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCOPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.	131
FIGURA 6.26 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO TS3 Y EXPUESTAS EN EL SISTEMA SEMISECO. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCOPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.	132
FIGURA 6.27 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO TS3 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA TEMPLADO HÚMEDO. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCOPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.	132
FIGURA 6.28 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO TV100 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA TROPICAL SUBHÚMEDO AW'. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCOPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.	133
FIGURA 6.29 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO TV100 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA TROPICAL SUBHÚMEDO AW. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCOPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.	134
FIGURA 6.30 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO TV100 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA TEMPLADO SUBHÚMEDO. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCOPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.	135
FIGURA 6.31 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO TV100 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA SEMISECO. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCOPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.	136
FIGURA 6.32 SUPERFICIES DE ROCA TRATADAS CON EL PRODUCTO TV100 Y EXPUESTAS EN EL CLIMA TEMPLADO HÚMEDO. A) IMAGEN OBTENIDA MEDIANTE MICROSCOPIA ESTEREOSCOPICA A 140X; B), C) Y D) IMÁGENES OBTENIDAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.	136
FIGURA A 1. CONDICIONES CONTROLADAS DE TEMPERATURA Y HUMEDAD RELATIVA EN EL CLIMA AW'.	159
FIGURA A 2. CONDICIONES CONTROLADAS DE TEMPERATURA Y HUMEDAD RELATIVA EN EL CLIMA AW.	160
FIGURA A 3. CONDICIONES CONTROLADAS DE TEMPERATURA Y HUMEDAD RELATIVA EN EL CLIMA CW ₁	160
FIGURA A 4. CONDICIONES CONTROLADAS DE TEMPERATURA Y HUMEDAD RELATIVA EN EL CLIMA BS.	161
FIGURA A 5. CONDICIONES CONTROLADAS DE TEMPERATURA Y HUMEDAD RELATIVA EN EL CLIMA CW ₂	161
FIGURA B 1. DISTRIBUCIONES DE TAMAÑO DE LOS GELES OBTENIDOS A PARTIR DEL PRODUCTO T-20.	162
FIGURA B 2. DISTRIBUCIONES DE TAMAÑO DE LOS GELES OBTENIDOS A PARTIR DEL PRODUCTO T-40.	163
FIGURA B 3. DISTRIBUCIONES DE TAMAÑO DE LOS GELES OBTENIDOS A PARTIR DEL PRODUCTO T-10P20.	163
FIGURA B 4. DISTRIBUCIONES DE TAMAÑO DE LOS GELES OBTENIDOS A PARTIR DEL PRODUCTO TS3.	164
FIGURA B 5. DISTRIBUCIONES DE TAMAÑO DE LOS GELES OBTENIDOS A PARTIR DEL PRODUCTO TV 100.	164

Índice de tablas

TABLA 5.1 CONDICIONES DE HUMEDAD RELATIVA Y TEMPERATURA EN LOS SISTEMAS DE CONTROL	60
TABLA 6.1 CONDICIONES DE HUMEDAD RELATIVA Y TEMPERATURA EN LOS SISTEMAS DE CONTROL	89
TABLA 6.2 TIEMPOS DE GELIFICACIÓN (DÍAS) DE LOS PRODUCTOS	91
TABLA 6.3 TIEMPOS DE SECADO (MESES) DE LOS GELES	92
TABLA 6.4 ESTADO DE LOS GELES	94
TABLA 6.5 REDUCCIÓN DE VOLUMEN (%) DE LOS GELES	101
TABLA 6.6 MÓDULO ELÁSTICO (MPa) DE LOS GELES	102
TABLA 6.7 CARGA MÁXIMA (MPa) DE LOS GELES	104
TABLA 6.8 ADSORCIÓN SUFICIENTE O NO DE NITRÓGENO DE LOS GELES	106
TABLA 6.9 VOLUMEN POROSO (CM ³ /G) DE LOS GELES	114
TABLA 6.10 VALORES DE PRODUCTO FINAL (%) DE LOS TRATAMIENTOS	120
TABLA 6.11 CAMBIO DE COLOR TOTAL (ΔE^*) DE LOS TRATAMIENTOS	138
TABLA 6.12 VALORES DE DUREZA LEEBS	139
TABLA 6.13 TIEMPO DE RETENCIÓN DE MICROGOTAS DE AGUA (MINUTOS) SOBRE LAS SUPERFICIES PÉTREAS	141
TABLA 6.14 ÁNGULOS DE CONTACTO ESTÁTICO DE MICROGOTAS DE AGUA (°)	143
TABLA 6.15 ÁNGULOS DE CONTACTO DINÁMICO DE MICROGOTAS DE AGUA SOBRE ROCA TRATADA CON EL PRODUCTO T-10P2O	146
TABLA C 1. TABLA DE PRODUCTOS RECOMENDADOS DE ACUERDO AL CLIMA DE LA ZONA DE INTERVENCIÓN	165

Lista de Abreviaturas

ABS.	Acrlonitrilo butadieno estireno
Aw.	Clima tropical subhúmedo (40°C y 50% HR)
Aw'.	Clima tropical subhúmedo (60°C y 50% HR)
BS.	Clima semiseco (23 °C y 25% HR)
CMC.	Concentración micelar crítica
Cw ₁ .	Clima templado subhúmedo (23 °C y 50% HR)
Cw ₂ .	Clima templado húmedo (23°C y 90% HR)
DLS.	Dilaurato de dibutilestaño
DOTL.	Dilaurato de dioctilestaño
DRMS.	Drilling Resistance Measurement System
EMCA.	Estación de medición y control ambiental
IDE.	Software Arduino
PDMS.	Polidimetil siloxano
T-10P2o.	Consolidante-hidrofugante desarrollado en la UCA
T-2o.	Consolidante tipo silicato desarrollado en la UCA
T-4o.	Consolidante tipo silicato desarrollado en la UCA
TS3.	Consolidante tipo silicato desarrollado en la UNAM
TSA.	Trisecbutóxido de aluminio
TV100.	Consolidante comercial

Resumen

En el campo de la conservación-restauración de patrimonio cultural construido en roca se han desarrollado multitud de tratamientos de intervención, con el propósito de recuperar características originales de los elementos pétreos así como de protegerlos frente a la acción de las causas de su deterioro. Los productos basados en alcoxisilanos han demostrado ser los más idóneos como tratamientos de consolidación e hidrofugación en un gran número de intervenciones, los cuales se aplican como soles y polimerizan de forma espontánea en el interior de la estructura porosa de la roca, como parte de un clásico proceso sol-gel.

Debido a la gran variedad de factores que actúan durante el proceso de intervención en roca (parámetros ambientales del entorno, características del material pétreo, etc.), los tratamientos pueden presentar diferentes grados de eficacia y durabilidad. Factores como la humedad relativa y la temperatura afectan significativamente a las velocidades de hidrólisis y de condensación de los alcoxisilanos. Durante esta etapa de polimerización se origina el sol de partida, el cual tiene una decisiva influencia sobre algunas características físicas y químicas de los geles obtenidos. No obstante, factores que intervienen también en otras etapas del proceso sol-gel, pueden condicionar tanto la microestructura de los geles como sus propiedades mecánicas, y conducir por tanto, a grados variables de eficacia y durabilidad como tratamientos de conservación-restauración de roca.

Motivados por esto, en el presente trabajo de investigación se evalúa cómo la humedad relativa y la temperatura afectan a algunas propiedades (grado de contracción, elasticidad y porosidad, fundamentalmente) de nanomateriales basados en alcoxisilanos. Además, se establece la relación que existe entre estas propiedades y las eficacias consolidante e hidrofugante en una roca patrimonial silícea de porosidad intermedia.

Capítulo 1 INTRODUCCIÓN

- 1.1 LA TOBA VOLCÁNICA EN MÉXICO
- 1.2 PROYECTOS DE CONSERVACIÓN-RESTAURACIÓN
- 1.3 PRODUCTOS PARA CONSERVACIÓN Y RESTAURACIÓN

México destaca a nivel mundial por la gran variedad y calidad de su patrimonio cultural material e inmaterial, resultado de la rica diversidad socio-cultural que ha existido a lo largo de su historia. Este gran legado y su trascendencia en el futuro es una responsabilidad de gran importancia para el propio pueblo mexicano. Existen varias organizaciones nacionales e internacionales que se encargan actualmente de la protección del patrimonio cultural de México.¹

La Organización de las Naciones Unidas para la Educación, la Ciencia y la Cultura (UNESCO) es el organismo internacional más importante para la preservación y conservación del patrimonio cultural a nivel mundial. Este organismo cuenta con 195 estados miembros, siendo México uno de ellos. Nuestro país ha participado en dos importantes convenciones internacionales de la UNESCO, celebradas en Francia en 1972 y 2003. Se trata de la “Convención sobre la protección del patrimonio mundial y cultural” y la “Convención para la salvaguarda del patrimonio cultural inmaterial”, respectivamente. En estas dos convenciones, se incorporó una lista de elementos mexicanos incluidos como patrimonio mundial inmaterial, la cual puede ser consultada en la página web oficial de la UNESCO.²

La primera convención considera patrimonio cultural lo siguiente:³

Los monumentos:

obras arquitectónicas, de escultura o de pintura monumentales, elementos o estructuras de carácter arqueológico, inscripciones, cavernas y grupos de elementos, que tengan un valor universal excepcional desde el punto de vista de la historia, del arte o de la ciencia

Los conjuntos:

grupos de construcciones, aisladas o reunidas, cuya arquitectura, unidad e integración en el paisaje les dé un valor universal excepcional desde el punto de vista de la historia, del arte o de la ciencia

Los lugares:

obras del hombre u obras conjuntas del hombre y la naturaleza, así como las zonas, incluidos los lugares arqueológicos que tengan un valor universal excepcional desde el punto de vista histórico, estético, etnológico o antropológico

El Instituto Nacional de Antropología e Historia (INAH) es el organismo federal legalmente responsable de la protección, investigación, conservación y difusión de gran parte del patrimonio cultural de México. A través de la Coordinación Nacional de Conservación del Patrimonio Cultural (CNCPC), el INAH ha elaborado una serie de Normas para la Conservación del Patrimonio Cultural de México (NCPCHMs). Estas normas se han diseñado a partir de una legislación nacional que tiene como bases: (1) La Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos; (2) La Ley Federal sobre Monumentos y Zonas Arqueológicas, Artísticas e Históricas; y (3) La Ley Orgánica del Instituto Nacional de Antropología e Historia. Además, estas NCPCHMs consideran aspectos fundamentales de normas internacionales como “La Carta Internacional del Restauero”, “Recomendaciones sobre la Protección en el Ámbito Nacional del Patrimonio Cultural y Natural” (UNESCO), “La Carta de México en defensa del Patrimonio Cultural”, etc.¹

Los objetivos fundamentales con los que se establecen las NCPCHMs son los siguientes: (1) Garantizar la conservación integral del patrimonio cultural de México; (2) Favorecer su conocimiento e investigación; (3) Asegurar su uso responsable; (4) Impulsar su manejo racional; (5) Fomentar su valoración y difusión; y (6) Contribuir al desarrollo sustentable regional y nacional. Estas normas buscan contar con una plantilla profesional especializada, así como verificar que las prácticas tengan estándares mínimos de calidad y eficacia, ya que en los últimos años se han ido incorporando de manera creciente, nuevos profesionales, instituciones y sectores sociales organizados.¹

1.1 LA TOBA VOLCÁNICA EN MÉXICO

Actualmente México posee 27 zonas catalogadas como patrimonio cultural material, reconocidas oficialmente por la UNESCO.² Adicionalmente, el catálogo de bienes inmuebles del INAH cuenta con un registro de 100,000 monumentos históricos, de un espectro de más de 110,000 bienes.⁴ Este organismo ha elaborado un mapa en el que se localizan las principales zonas arqueológicas que existen en la república mexicana (Figura 1.1).

Figura 1.1 Mapa de las principales zonas arqueológicas en México (INAH).⁵

El territorio mexicano cuenta con un amplio número de monumentos, conjuntos y lugares, contruidos a partir de una gran diversidad de materiales pétreos, en función de la geología regional y de la época de construcción. Un material de gran interés a nivel nacional es la toba volcánica, ya que ha sido utilizada en numerosas fachadas de importantes edificios en ciudades del centro del país (Morelia, Zacatecas, Ciudad de México, San Luis Potosí, etc.).⁶ Este tipo de roca también ha sido utilizada en varias zonas arqueológicas, como por ejemplo en la zona arqueológica de Plazuelas, Guanajuato;⁷ y ha servido como materia prima de varios escultores prehispánicos de diferentes regiones (santuario El Cerrito, conjunto arquitectónico de juego de pelota 5 de Cantona, Puebla, etc.) (Figura 1.2).⁸⁻¹⁰

Figura 1.2 Elementos patrimoniales mexicanos contruidos con toba volcánica: a) Zona arqueológica de Plazuelas, Guanajuato; b) Catedral de la ciudad de Morelia; y c) Catedral de la ciudad de Zacatecas.

La gran abundancia de afloramientos continentales de toba volcánica es la principal razón por la cual ha sido ampliamente utilizada como material de construcción. Existen extensos afloramientos localizados en regiones como la Sierra Madre Occidental, el Cinturón Volcánico Transmexicano, la Sierra Madre del Sur, la Mesa Central y la Península de Baja California.⁶

Este tipo de roca es de naturaleza ígnea extrusiva (volcánica) ya que se forma por enfriamiento y cristalización de magma o lava en la superficie terrestre, dando lugar

mayoritariamente a agregados de silicatos. Se origina a partir de un material fundido, que sujeto a un gradiente de presión, tiende a moverse al área de presión mínima y sale a superficie.¹¹ Las tobas volcánicas están formadas principalmente por cenizas o arenas volcánicas (fragmentos de roca de diámetro inferior a 4 mm). De acuerdo con la naturaleza mineralógica se pueden clasificar en tobas basálticas, andesíticas, riolíticas, dacíticas, etc.¹¹ Estas rocas están formadas principalmente por silicatos como la sílice, piroxenos, feldespatos, olivinos, anfíboles, micas, etc.¹¹

En general, las diferentes texturas que presentan las tobas volcánicas están condicionadas por las posibles combinaciones de los componentes de roca, mineral y pasta fina. La diversidad de colores se debe a la abundancia de ciertos minerales y a la presencia de impurezas. Las variedades de color rosa suelen estar constituidas de óxido de hierro, las variedades negras presentan vidrio volcánico oscuro que resulta de la combinación de cenizas y fragmentos de pumita. Las variedades verdes suelen ser resultado de la alteración de ceniza volcánica, originando minerales como esmectitas y zeolitas. Las tobas volcánicas pueden ser porosas y suaves, o bien, densas y duras.⁶

1.2 PROYECTOS DE CONSERVACIÓN-RESTAURACIÓN

El creciente deterioro que en el último siglo han sufrido los materiales pétreos patrimoniales, es resultado de la combinación de múltiples procesos de diferente índole. Algunos mecanismos físicos de degradación involucran procesos relacionados con ciclos térmicos, procesos hídricos y de cristalización. Otros ejemplos son los procesos químicos (como la disolución de minerales), la acción de sales y el crecimiento de microorganismos en la superficie de los sustratos pétreos (Figura 1.5).¹²

Figura 1.3 Estructuras monumentales mexicanas deterioradas por diferentes procesos.

En general, el grado de alteración que pueden presentar los materiales pétreos depende de los siguientes tipos de factores:¹³

- Intrínsecos: composición química y mineralógica, características petrográficas, propiedades físicas, hídricas y mecánicas de la roca, etc.
- Extrínsecos: climatología, medio ambiente, agentes biológicos, de uso, etc.

Este constante deterioro del patrimonio cultural material e inmaterial ha provocado una mayor conciencia sobre las necesidades de conservación, lo que ha fomentado un auge en los proyectos de intervención. En la actualidad, existen numerosos criterios basados en documentos oficiales internacionales para la protección y conservación del patrimonio cultural construido con material pétreo. En el año 2000, la UNESCO redactó “Los principios de Conservación y Restauración del Patrimonio Construido”, procedentes de “La carta de Venecia” publicada en 1964. En el año 2003, el *International Council on Monuments and Sites* (ICOMOS) publicó el documento “Principios para el análisis, conservación y restauración, de las esculturas del Patrimonio Arquitectónico”. En el año 2005, el mismo ICOMOS redactó la “Declaración sobre la conservación del entorno de las escrituras, sitios y áreas patrimoniales”. Todos estos documentos han servido como base para el desarrollo tecnológico, multidisciplinario, conceptual y legal de multitud de proyectos de conservación-restauración de patrimonio cultural.¹⁴

Todo proyecto de intervención sobre roca tiene como principales finalidades la protección del sustrato frente a la acción de las causas de su deterioro (conservación) y/o la recuperación de las características originales que ha perdido (restauración). El tratamiento propuesto en cualquier proyecto de conservación-restauración de elementos construidos en roca, debe depender de los resultados obtenidos en una etapa de estudios previos realizados en laboratorio, la cual debe constar al menos, de las siguientes fases:¹³

- 1.- Diagnóstico. Consiste en la caracterización física y química del elemento a tratar, así como en la determinación de los factores y mecanismos de su alteración.¹⁵
- 2.- Propuesta de medidas correctoras. El objetivo es diseñar y desarrollar herramientas y materiales para ayudar –ya sea de forma preventiva y/o paliativa– a aumentar la vida útil del elemento artístico.^{14,15}
- 3.- Evaluación de los efectos que las medidas correctoras seleccionadas tienen sobre la roca.

4.- Evaluación de la eficacia y durabilidad de los tratamientos seleccionados.

Tradicionalmente, las medidas correctoras de la segunda etapa más utilizadas en los proyectos de conservación-restauración de materiales pétreos son las siguientes: (1) Consolidación, que busca devolver la cohesión que ha perdido la roca; y (2) Hidrofugación, que protege al material pétreo de los diversos factores de alteración que requieren la participación de agua para actuar, impidiendo o disminuyendo la entrada de agua en forma líquida.¹⁶

En el siguiente apartado se describen detalladamente ambos tipos de tratamientos.

1.3 PRODUCTOS PARA CONSERVACIÓN Y RESTAURACIÓN

1.3.1 CONSOLIDACIÓN

Este método de intervención consiste en la aplicación de un producto que al penetrar en profundidad en los poros de la roca, logra mejorar sus características mecánicas, gracias a la unión entre los granos que han quedado sueltos y a la adherencia entre la capa alterada y la sana.¹⁴⁻¹⁶ La aplicación de estos productos consolidantes no debe hacerse de forma indiscriminada, puesto que los cambios que provocan en la roca son irreversibles. Por esta razón su uso deberá ajustarse al principio de mínima intervención y su aplicación será únicamente recomendable cuando la roca haya perdido cohesión.^{15,16} La eficacia consolidante está condicionada por factores como el tipo de roca, la modalidad de aplicación, la cantidad de producto aplicado y retenido en la roca, las condiciones ambientales, etc.

Las principales características que debe presentar un producto consolidante son las siguientes:¹⁶

- 1.- Valor consolidante. Capacidad para mejorar las propiedades mecánicas de un material pétreo. La medida de este parámetro se puede estimar mediante diferentes pruebas mecánicas (resistencia a la flexión o a la compresión, determinación de la dureza superficial, resistencia a la abrasión, etc.). Todos estos ensayos no están diseñados para

la medida de la eficacia consolidante de un producto, sino que se consideran normas, y se determinan los cambios de valores en los parámetros evaluados para obtener conclusiones sobre dicha eficacia. Por esta razón, en 2001 en el marco del proyecto europeo EC HARDROCK, se desarrolló un equipo específico para la medida de este parámetro, llamado “*Drilling Resistance Measurement System*” (DRMS).¹⁷⁻¹⁹ Este equipo permite medir la resistencia a la perforación de materiales pétreos y actualmente es uno de los más utilizados para este fin.

- 2.- La alterabilidad de la roca consolidada debe ser inferior a la de la roca sin tratar. Mediante ensayos de alteración acelerada en laboratorio se puede predecir el comportamiento de cualquier tratamiento frente a un agente de deterioro. Existen diferentes tipos de normas que consideran diferentes especificaciones (tiempo de exposición, irradiación de luz, temperatura, humedad relativa, etc.).²⁰
- 3.- Profundidad de penetración. Este parámetro está condicionado tanto por propiedades específicas del producto (viscosidad y ángulos de contacto con la piedra), como por características estructurales de la roca (en específico, tamaño de poro). Entre la zona tratada y la zona sin tratar se produce un cambio de propiedades en la porosidad y permeabilidad al agua líquida y vapor de agua. Si este cambio es muy brusco se puede llegar al desprendimiento de la capa tratada.
- 4.- El tratamiento no debe producir disminuciones muy fuertes en la porosidad y en el tamaño de poro, ya que estos parámetros pueden afectar a la alterabilidad de la roca, derivada del contenido en agua y de las posibilidades de movimiento de ésta en su interior.
- 5.- Capacidad de transferencia de humedad. Cualquier producto consolidante debe permitir el paso de vapor de agua a través de la roca, para impedir la acumulación de agua y sales en determinadas zonas. Para este fin, existen ensayos normalizados que permiten medir la capacidad de transferencia de vapor de agua a través de la roca, mediante la medición del coeficiente de difusión de vapor de agua.²¹

- 6.- Compatibilidad con la roca. Los productos consolidantes no deben formar compuestos químicos que puedan reaccionar con los componentes de la roca o que puedan afectar a su estructura cristalina. Tras la aplicación, desde el punto de vista físico, las propiedades de la roca consolidada deben ser similares a las de la roca antes del tratamiento, con la finalidad de no crear tensiones diferenciales entre la capa alterada y el sustrato interno.
- 7.- Efecto visual. El tratamiento no debe modificar el aspecto visual del sustrato pétreo, es decir, la roca no debe sufrir cambios de color o brillo a causa de la aplicación del producto consolidante. Además, el aspecto visual de la superficie no debe modificarse con el paso del tiempo a causa de las condiciones ambientales (especialmente, radiación UV).

Los estudios sistemáticos sobre una amplia variedad de productos comerciales y sus efectos, han demostrado que no existe un único tratamiento que pueda ser aceptado universalmente para consolidación de material pétreo.²² La selección del consolidante depende del tipo de roca, del grado de deterioro que presenta, del área superficial a consolidar, etc. Es importante considerar las acciones de pre-consolidación, como procedimientos de limpieza y desalinización, ya que estos pre-tratamientos pueden modificar la eficacia del consolidante.²³

Los productos consolidantes utilizados hasta hoy son abundantes y de diversa naturaleza, destacando los tres tipos siguientes:¹⁶

- Inorgánicos: La preparación de este tipo de materiales se basa en la formación de una fase similar en composición química a la matriz de la roca a tratar. Por ejemplo, consolidantes cuyo producto final es una fase de sílice son usados para consolidar rocas silíceas. Las principales ventajas de estos materiales son su mayor duración y una gran resistencia frente a la radiación UV. Los principales inconvenientes de estos materiales son su alta fragilidad y baja elasticidad, la dificultad de conseguir una buena penetración (lo que produce la formación de costras delgadas y duras), el cambio de color de la superficie, la formación de sales solubles como subproductos, etc.
- Organosilícicos: Su función consiste en formar una estructura reticulada semejante a la de la sílice mediante un proceso de polimerización en el interior de la roca. Estos

productos reciben el nombre genérico de alcoxisilanos, con prefijos que indican el número y tipo de radicales existentes en las moléculas: Metiltrimetoxisilano (MTMOS); Metiltrietoxisilano (MTEOS); Tetraetoxisilano (TEOS); etc. Este tipo de productos son precursores poliméricos ya que reaccionan fácilmente con el agua (en presencia de un catalizador), para formar polímeros de sílice. Los alcoxisilanos han demostrado su alta capacidad para consolidar roca de tipo sílicea en muchos monumentos de México.²⁴

- **Orgánicos:** Estos materiales pueden ser de origen natural, pero los más utilizados son sintéticos. Los consolidantes orgánicos además de su eficacia consolidante tienden a presentar efecto hidrofugante, debido a su composición orgánica. Los grandes inconvenientes que estos productos presentan son la baja profundidad de penetración y la baja resistencia a la radiación solar. Las macromoléculas orgánicas provocan una elevada viscosidad, lo que dificulta su penetración; y la mayoría de éstas absorben radiación favoreciendo su alteración.

En México, como consolidantes se han utilizado suspensiones coloidales de sílice como Ludox HS40®, suspensiones coloidales de hidróxido de bario, KSE 300E®, KSE STE500®, KSE 100E®, Paraloid B72®, Methocel®, Klucel®, etc. La mayoría de estos productos son inorgánicos y organosilícicos, aunque también se han utilizado compuestos orgánicos de origen natural como baba de nopal y mucílago extraído de algas marinas.²⁵⁻²⁸ Por otra parte, a nivel mundial se han utilizado productos comerciales como CaloSil®, ESTEL 1000, SILRES® BS OH 100, DOW CORNING® Z-6697, TEGOVAKON V100, entre otros.²⁹

1.3.2 HIDROFUGACIÓN

El tratamiento conocido como hidrofugación tiene como principal objetivo disminuir la entrada de agua líquida en la roca, permitiendo el intercambio de vapor de agua con el ambiente, de tal forma que permita la “respiración” del material pétreo. Los productos hidrofugantes deben tener las siguientes características:¹⁶

- 1.- Valor hidrofugante. Capacidad para impedir o al menos disminuir la entrada de agua líquida en un material pétreo.

- 2.- Permeabilidad al vapor de agua. El tratamiento debe permitir que el agua que penetre en la roca a través de otros frentes pueda evaporarse, y el sustrato no permanezca mojado durante mucho tiempo.
- 3.- Estabilidad frente a los agentes de alteración y frente a la radiación UV.
- 4.- Buena adhesión a la roca.

El valor hidrofugante está condicionado por la combinación de dos propiedades: hidrofobicidad y repelencia al agua —que en la práctica— aportan información sobre la capacidad de penetración y de adhesión del agua a la superficie pétrea, respectivamente. Ambas propiedades son dependientes de la química y rugosidad superficial de la roca.³⁰

La evaluación de los tratamientos de hidrofugación se basa en el contacto de microgotas de agua sobre una superficie sólida, al cual se le denomina sistema de mojado. Este sistema está compuesto por tres fases, una fase fluida (líquido-vapor), una fase líquida y una fase sólida, donde la separación que existe entre cada una de las fases recibe el nombre de interfase.³¹

Figura 1.4 Ángulo de contacto y tensiones interfaciales en el sistema de mojado.

El sistema de mojado es descrito por la ecuación de Young (Ecuación 1.1), la cual describe cómo un líquido se extiende sobre una determinada superficie sólida.³¹ La magnitud física utilizada experimentalmente para el estudio de este fenómeno es el ángulo de contacto, el cual se define como el ángulo que forma la tangente a la interfase líquido-fluido con la superficie del sólido, en el punto de contacto de las tres fases hacia el lado de la fase líquida (Figura 1.4).³²

$$\cos\theta_y = \frac{\gamma_{SF} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LF}} \quad (1.1)$$

donde γ_{SF} , γ_{SL} , γ_{LF} , son las tensiones de interfase sólido-fluido, sólido-líquido y líquido-fluido, respectivamente; y θ_y es el ángulo de Young.

Respecto a la hidrofobicidad, algunos autores establecen^{33,34} que la evaluación del ángulo de Young o de equilibrio sólo es válida para superficies planas y homogéneas (superficies ideales), por lo que Wenzel y Cassie-Baxter establecieron dos modelos para superficies reales, basados en la rugosidad (Figura 1.5).

Figura 1.5 Contacto de una microgota de agua sobre una superficie rugosa; a) Modelo de Wenzel, b) Modelo de Cassie-Baxter.³⁵

El modelo de Wenzel (Figura 1.5a), define el sistema de mojado en una superficie rugosa y homogénea, en la cual el agua penetra en las cavidades de la rugosidad de la superficie, de tal forma que el ángulo de contacto se modifica por dicha rugosidad. A este ángulo lo denota como θ_w .³⁶ Por otra parte, el modelo de Cassie-Baxter (Figura 1.5b) se basa en un sistema de mojado donde la microgota de agua está en contacto con una superficie rugosa y heterogénea (ya que entre las cavidades que forma la rugosidad de la superficie, se encierra aire). En este modelo, Cassie y Baxter establecieron el ángulo de contacto denotado por θ_{CB} .^{35,37}

En el caso de superficies reales, la medida de ángulos de contacto estático (θ_s) no es representativa del ángulo de equilibrio, y por esta razón, es necesaria la medición de ángulos de contacto dinámico, es decir, ángulos de avance (θ_A) y ángulos de retroceso (θ_R), los cuales son representativos de los diferentes metaestados que se forman al depositar una gota de agua en superficies reales. El ángulo de avance (θ_A) se define de esta forma cuando la fase líquida aumenta sobre el sólido. Este ángulo puede observarse en la parte inferior de una gota inclinada, en el

momento en el que la gota comienza a desplazarse sobre el sólido, o también, a partir del crecimiento del área mojada sobre la superficie. Por otro lado, el ángulo de retroceso (θ_R) se define en el momento donde la fase líquida retrocede sobre el sólido. Esta situación se observa en la parte superior de una gota inclinada, o en situaciones donde el área mojada disminuye sobre el sólido (Figura 1.6).³¹

Figura 1.6 Ángulos de contacto observables de avance y retroceso: a) Representación de una gota inclinada, b) Disminución de volumen por succión de agua, provocando disminución del área mojada, c) Aumento de volumen por administración de agua, provocando aumento del área mojada.

Según Della Volpe,³⁴ estos ángulos representan la máxima y la mínima energía superficial, respectivamente. En la literatura se ha establecido que para que una superficie sea considerada hidrofóbica, los ángulos de retroceso de microgotas de agua registrados deben ser superiores a 90° . Respecto a la repelencia al agua de superficies reales, el fenómeno de adhesión se refleja en la capacidad que presentan las microgotas de agua para moverse sobre dichas superficies. Por tanto, la repelencia al agua de una superficie puede ser cuantificada mediante la fuerza requerida para mover una microgota depositada sobre tal superficie, y esta fuerza se calcula mediante la siguiente ecuación:³⁸

$$F_S = \gamma_{LV} \cdot (\cos\theta_R - \cos\theta_A) \quad (1.2)$$

donde F_S es la fuerza de desplazamiento; γ_{LV} es la tensión superficial del agua (a 25°C es $0.072 \text{ N} \cdot \text{m}^{-1}$); θ_R es el ángulo de retroceso; y θ_A es el ángulo de avance.

Sobre superficies en las que esta fuerza presenta valores bajos, las microgotas se deslizan fácilmente. De esta ecuación se concluye que, una superficie será más repelente al agua cuanto menor sea la histéresis del ángulo de contacto, es decir, cuanto menor sea la diferencia entre el ángulo de avance y el ángulo de retroceso.

Los principales productos comerciales utilizados con fines de hidrofugación, se pueden clasificar de acuerdo a tres grupos:¹⁶

- Organosilícicos: Estos productos son conocidos como alquilalcoxilanos, ya que, los oligómeros de silicio poseen radicales alquilo que dotan al producto de propiedades hidrofugantes.
- Halogenados: Estos productos son utilizados debido a sus extremadas bajas energías superficiales y por lo regular son polímeros fluorados, pero debido a su poca solubilidad tienen que aplicarse en disolución con otros productos.
- Orgánicos: Estos productos entran dentro de la misma definición vista en los consolidantes orgánicos.

El uso de productos hidrofugantes en México no es muy común, ya que estos productos suelen formar una capa impermeable en la superficie pétrea. Sin embargo, el uso de este tipo productos en otros países es habitual, siendo los más comunes Baysilone® Agent LF, FUNCOSIL FC, DuPont™ Zonyl® 210, SILRES® BS 290, TEGOSIVIN HE 328, etc. La mayor parte de estos hidrofugantes son de naturaleza organosilícica.²⁹

Bibliografía

- (1) I., M.; M.C., C.; V., G.; M.E., M.; P., M. *La Conservación-Restauración en el INAH: El Debate Teórico*; Ed. Instituto Nacional de Antropología e Historia. D.F. (México), 2009.
- (2) Organización de las Naciones Unidas para la Educación, C. y C. (UNESCO). Propiedades inscritas en la lista del patrimonio mundial. <http://whc.unesco.org/en/statesparties/mx> (Consultada el 3 de abril de 2017).
- (3) Organización de las Naciones Unidas para la Educación, C. y C. (UNESCO). Convención sobre la protección del patrimonio mundial, cultural y natural <http://www.cinu.org.mx/eventos/cultura2002/doctos/conv.htm> (Consultada el 6 de abril de 2017).
- (4) Instituto Nacional de Antropología e Historia (INAH). Catálogo Nacional de Monumentos Históricos Inmuebles <http://www.catalogonacionalmhi.inah.gob.mx/monumentos/index.jsp> (Consultada el 9 de abril de 2017).
- (5) Instituto Nacional de Antropología e Historia (INAH). Red de Zonas Arqueológicas <http://www.inah.gob.mx/images/zonas/lista/pagina.html> (Consultada el 13 de abril de 2017).
- (6) Zenteno, D. J. M. El Vulcanismo Explosivo y el Origen de las Piedras de Cantera. *Materiales Avanzados, UNAM*. México 2011, pp 9–14.
- (7) Saucedo, N.; Yazmin, K.; Dolores, C.; Garc, B. Revisión del Uso de la Piedra en Sistemas Constructivos Prehispánicos de Guanajuato. Criterios para su Conservación en Zonas Arqueológicas. *Jovenes en la Ciencia*. Guanajuato (México) 2016, pp 1282–1286.

- (8) Cruz, D. V.; Islas, A. B. El Cerrito, Santuario Prehispánico de Querétaro <http://www.inah.gob.mx/es/boletines/976-publican-libro-sobre-investigaciones-en-el-cerrito> (Consultada el 9 de abril de 2017).
- (9) Camacho, J. R.; Morales, A. O. Estudio Mineralógico de Lapidaria Prehispánica de El Opeño, Michoacán: Evidencias de Organización Social Hacia el Formativo Medio en el Occidente de México. *Arqueología, INAH*. Ciudad de México 2005, pp 5–22.
- (10) Cortina, E. Destrucción de Símbolos de Poder en Cantona, Puebla. *Arqueología, INAH*. Ciudad de México 2015, pp 175–190.
- (11) Huang, W. T. *Petrología*; Ed. Limusa. D.F. (México), 2009.
- (12) Steiger, M.; Charola, A. E.; Sterflinger, K. *Stone in Architecture*. Ed Springer. Berlin (Alemania), 2014; pp 225–315.
- (13) Alcade, M.; Villegas, R. *Metodología de Diagnóstico y Evaluación de Tratamientos Para la Conservación de los Edificios Históricos*; Ed. Comares. Granada (España), 2003; pp 9–19.
- (14) Laborde, A. *Proyecto COREMANS: Criterios de Intervención en Materiales Pétreos*; Ed. Ministerio de Educación, Cultura y Deporte. Madrid (España), 2013; pp 15–19.
- (15) Esbert Alemany, R. M.; Losada Aranguren, J. M. Criterios de Intervención en Materiales Pétreos. *Bienes Culturales. Revista del Instituto del Patrimonio Histórico Español*. España 2003, pp 1–20.
- (16) Villegas, R.; Baglioni, R.; Sameño, M. *Metodología de Diagnóstico y Evaluación de Tratamientos para la Conservación de los Edificios Históricos*; Ed Comares. Granada (España), 2003; pp 168–190.
- (17) Pamplona, M.; Kocher, M.; Snethlage, R.; Barros, L. A. Drilling Resistance: Overview and Outlook. *Zeitschrift der Dtsch. Gesellschaft für Geowissenschaften* 2007, 158 (3), 665–679.
- (18) European Commission. *European EC HARDROCK Project*, 2001.

- (19) Rodrigues, J. D.; Pinto, A. F.; da Costa, D. R. Tracing of Decay Profiles and Evaluation of Stone Treatments by Means of Microdrilling Techniques. *J. Cult. Herit.* **2002**, *3* (2), 117–125.
- (20) American Society For Testing and Materials. *ASTM G53-96*; USA, 1996; pp 1–9.
- (21) Asociación Española de Normalización y Certificación. *UNE-EN 15 802*; España, 2010; pp 12–14.
- (22) Doehne, E.; Price, C. A. *Stone Conservation an Overview of Current Research*; Ed. The Getty Conservation Institute. Los Angeles (USA), 2010.
- (23) Castellanos, N. A. P. Conservación del Patrimonio Pétro: Evaluación de la Toba Volcánica del Occidente de México, Universidad Nacional Autónoma de México, 2012.
- (24) Zarraga, R.; Cervantes, J.; Álvarez, E. la Investigación Científica en la Conservación de Monumentos de Cantera. *Acta Univ.* **2006**, *16* (2), 38–50.
- (25) Salazar-Hernández, C.; Cervantes, J.; Puy-Alquiza, M. J.; Miranda, R. Conservation of Building Materials of Historic Monuments Using a Hybrid Formulation. *J. Cult. Herit.* **2015**, *16* (2), 185–191.
- (26) Grimaldi, D. M.; Pérez, N. A.; Porter, J. H. The Preservation of Sandstone Reliefs at the Archaeological Site of Tajín, México, Using Colloidal Silica. In *12th International Congress on the Deterioration and Conservation of Stone*, New York; USA, 2012.
- (27) Barajas, M.; Bosch, P.; Malvaéz, C.; Barragán, C.; Lima, E. Stabilization of the Tlaltecuhltli Monolith Pigments. *J. Archaeol. Sci.* **2010**, *37* (11), 2881–2886.
- (28) Barajas, M.; Lima, E.; Lara, V. H.; Negrete, J. V.; Barragán, C.; Malvaéz, C.; Bosch, P. Effect of Organic and Inorganic Consolidation Agents on Tlaltecuhltli Monolith. *J. Archaeol. Sci.* **2009**, *36* (10), 2244–2252.
- (29) Illescas Salinas, J. F. Nuevos Nanomateriales para la Conservación del Patrimonio Monumental Andaluz, Universidad de Cádiz, 2012.

- (30) Gao, L.; McCarthy, T. J. Wetting 101. *Langmuir* **2009**, *25* (24), 14105–14115.
- (31) Ruiz Cabello, F. J. M. Efecto de la Rugosidad y Heterogeneidad Superficial en Fenómenos de Mojado, Universidad de Granada, 2009.
- (32) Marmur, A. Soft Contact: Measurement and Interpretation of Contact Angles. *Soft Matter* **2006**, *2* (1), 12–17.
- (33) Manoudis, P. N.; Karapanagiotis, I.; Tskalof, A.; Zuburtikudis, I.; Panayiotou, C. The Effect of Nanoparticles on the Surface Hydrophobicity of Polystyrene. *Langmuir* **2008**, *24* (3–4), 11225–11232.
- (34) Della Volpe, C.; Penati, A.; Peruzzi, R.; Siboni, S.; Toniolo, L.; Colombo, C. The Combined Effect of Roughness and Heterogeneity on Contact Angles: The Case of Polymer Coating for Stone Protection. *J. Adhes. Sci. Technol.* **2000**, *14* (2), 273–299.
- (35) Spori, D. M. Structural Influences on Self-Cleaning Surfaces, Eth Zurich, 2010.
- (36) Wenzel, R. N. Resistance of Solid Surfaces. *Ind. Eng. Chem.* **1936**, *28* (8), 988–994.
- (37) Cassie, B. D.; Cassie, A. B. D.; Baxter, S. Wettability of Porous Surfaces. *Trans. Faraday Soc.* **1944**, *40* (5), 546–551.
- (38) Wu, Y. L.; Chen, Z.; Zeng, X. T. Nanoscale Morphology for High Hydrophobicity of a Hard Sol-Gel Thin Film. *Appl. Surf. Sci.* **2008**, *254* (21), 6952–6958

Capítulo 2 ANTECEDENTES Y ESTADO DEL ARTE

- 2.1 ALCOXISILANOS EN RESTAURACIÓN-CONSERVACIÓN
- 2.2 EL PROCESO SOL-GEL EN ALCOXISILANOS
- 2.3 NANOMATERIALES OBJETO DEL PRESENTE ESTUDIO

2.1 ALCOXISILANOS EN RESTAURACIÓN-CONSERVACIÓN

Desde la segunda mitad del siglo XX, multitud de técnicas y de productos de diferente naturaleza química han sido desarrollados para contrarrestar los procesos de degradación de rocas, sin afectar excesivamente a las propiedades físicas y químicas de éstas.¹ De todos los tipos de productos utilizados, los basados en alcoxisilanos han demostrado ser lo más idóneos como tratamientos de consolidación e hidrofugación. Estos productos son aplicados como soles y polimerizan de forma espontánea en el interior de la estructura porosa de la roca como parte de un clásico proceso sol-gel, el cual genera redes poliméricas de sílice.^{2,3} Considerando los requerimientos especiales de aplicación para los productos de conservación-restauración de roca patrimonial, las principales ventajas de los productos organosilícicos son las siguientes: (1) La baja viscosidad ayuda a tener una buena profundidad de penetración en el sustrato pétreo; (2) Las moléculas de agua presentes en el ambiente son suficientes para que la hidrólisis de monómeros de alcoxisilanos ocurra espontáneamente; (3) El polímero resultante presenta enlaces Si-O-Si similares a los enlaces existentes en los silicatos; y (4) La baja-moderada reactividad de tales productos con el agua minimiza el riesgo de una reacción demasiado rápida, que podría limitar la profundidad de penetración en el interior del sustrato, gelificando antes de que penetre lo suficiente para cumplir su función.⁴

De todos los alcoxisilanos conocidos, en el campo de la conservación-restauración de roca patrimonial, actualmente sólo se utilizan unos pocos debido a que la presencia de grupos R (alquilo) y grupos OR (alcoxi) tiene una gran influencia sobre propiedades importantes del proceso sol-gel. En concreto, mayoritariamente suelen utilizarse como principios activos los siguientes: metiltrimetoxisilano (MTMOS), metiltrietoxisilano (MTEOS) y tetraetoxisilano (TEOS), siendo este último el precursor polimérico más comúnmente empleado. Los compuestos difuncionales —que forman sólo polímeros lineales— son descartados para ser utilizados como precursores de consolidantes, ya que, para que éstos cumplan su función deben ser capaces de formar redes tridimensionales, y por tanto, deben tener un mínimo de tres grupos reactivos. Además, sólo los alcoxisilanos tri y tetrafuncionales son poco tóxicos y poco volátiles (menor presión de vapor), y los subproductos de su hidrólisis son alcoholes no corrosivos para las rocas.⁴

2.2 EL PROCESO SOL-GEL EN ALCOXISILANOS

El tratamiento de rocas patrimoniales con alcoxisilanos se basa en un proceso sol-gel que tiene lugar en el interior de la estructura porosa del material pétreo. Dicho proceso consta de las siguientes etapas: (1) Polimerización por condensación; (2) Gelificación; (3) Envejecimiento; y (4) Secado.⁵

La polimerización de los alcóxidos de silicio requiere que se produzcan dos tipos de reacciones: (1) Hidrólisis de las unidades pre-poliméricas de alcoxisilanos, que produce grupos Si-OH y alcohol; y (2) Condensación de los grupos Si-OH para formar enlaces siloxano, teniendo como subproducto alcohol o agua.⁶ Para el caso concreto del TEOS, estas reacciones son las siguientes:⁵

1.1. Hidrólisis de los grupos etoxi para formar grupos Si-OH.

2.1. Condensación de los grupos Si-OH que genera la red polimérica de sílice. Esta reacción puede producirse entre grupos (monómeros y oligómeros) presentes en el sol, y/o entre éstos y grupos Si-OH de los silicatos.

La segunda etapa es la gelificación, en la cual, la simultaneidad de las dos reacciones anteriores genera oligómeros tridimensionales, los cuales crecen por colisión entre partículas presentes en el sol o por reacciones de condensación. Las estructuras fractales crecen en el sol por condensación de unidades poliméricas hasta que resulta de ella una única estructura que se expande. Se forma entonces la red polimérica de sílice y la viscosidad aumenta repentinamente, de tal forma que el material comienza a responder aparentemente de forma elástica ante cualquier tipo de esfuerzo. Esta etapa es la gelificación en sentido estricto y tiene lugar una vez iniciada la condensación (simultáneamente a ella). El gel creado en los poros del material pétreo, es pues, un sistema disperso compuesto por una fase sólida continua (red polimérica), la cual encierra en el interior de sus poros una fase líquida (alcohol y/o agua), ambas de dimensiones coloidales.⁷

Una vez que el gel se ha formado, continúa la unión de unidades poliméricas a la estructura principal que se expande, aumentando entonces la rigidez del gel.⁵ El envejecimiento hace referencia a los cambios estructurales que se producen después de la gelificación. Durante esta etapa del proceso sol-gel, continúan las reacciones de policondensación y el gel experimenta principalmente una reducción progresiva de volumen y una mejora de sus propiedades mecánicas. La red polimérica se contrae y el líquido presente en los poros de dicha red (agua y/o alcohol) comienza a ser expulsado. El resultado es un gel con mayor rigidez y dureza que al inicio de esta etapa. Durante el envejecimiento pueden suceder procesos de disolución y reprecipitación de pequeñas unidades poliméricas que pueden producir un aumento general en el tamaño de poro.⁶

Durante el secado del gel —última etapa del proceso— el líquido se evapora de la red polimérica generando meniscos líquido-vapor cóncavos en los poros, que favorecen las

diferencias de presión capilar a lo largo de todo el sistema.⁸ A medida que el líquido se evapora, aumenta la rigidez de la red y ante la diferencia de presión capilar, el gel se contrae. En la mayoría de los casos, el elevado valor de presión capilar que soporta el gel conforme va reduciendo su volumen, hace que éste acabe fracturándose. Sólo con la difusión total del líquido hacia el exterior se consigue un secado completo del gel. Cuando esta evaporación ocurre en condiciones ambientales, al gel obtenido se le llama xerogel.^{6,7}

2.2.1 FACTORES EN EL PROCESO SOL-GEL

Las variaciones simultáneas de los diferentes factores que intervienen en un clásico proceso sol-gel determinan algunas propiedades de los materiales generados. En general, estos factores están ligados a las velocidades de hidrólisis y de condensación, debido a que durante estas reacciones se origina el sol de partida, el cual tiene una decisiva influencia sobre las características físicas y químicas del gel, y por tanto, también sobre los resultados de eficacia y durabilidad de los tratamientos para conservación-restauración de roca. La cinética de las reacciones de hidrólisis y condensación dependen principalmente de los siguientes factores: (1) Tipo de alcóxido precursor; (2) Relaciones molares agua:alcoxisilano y alcohol:alcoxisilano; (3) Tipo de catálisis (ácida o básica); (4) Tipo de disolvente; (5) Temperatura; (6) Humedad relativa; etc.⁷ Por otra parte, los alcoxisilanos suelen aplicarse a la intemperie en condiciones no controlables, sometidos a cambios importantes, por ejemplo de humedad relativa y temperatura. Por tanto, en este contexto, a los factores específicos del proceso sol-gel, se deben añadir otros factores que también pueden afectar a determinadas propiedades de los geles obtenidos: método de aplicación, condiciones ambientales del entorno de intervención, estructura (siendo más influyente, la porosidad) y composición química de los materiales pétreos, contenido de humedad en las rocas, etc.^{4,5} Todos estos factores pueden afectar al proceso sol-gel de manera simultánea y las variaciones en más de uno de ellos, pueden llegar a condicionar algunas características microestructurales de los geles, así como sus propiedades mecánicas, conduciendo por tanto a propiedades variables.

Algunos autores^{9,10} han obtenido resultados que demuestran cómo el tiempo de gelificación disminuye al incrementar la temperatura y la relación molar agua:TEOS, la cual condiciona el

número de colisiones entre partículas. Por ejemplo, para relaciones molares agua:TEOS inferiores a 2, la velocidad de hidrólisis es lenta puesto que el agua actúa como reactivo limitante de la reacción.^{6,11} El valor de pH y la relación molar alcohol:TEOS influyen también sobre el tiempo de gelificación. Por ejemplo, este tiempo disminuye con valores altos de pH, al provocar un aumento en las velocidades de hidrólisis y condensación. El caso contrario sucede al incrementar la relación molar alcohol:TEOS, es decir, una alta relación hace aumentar el tiempo de gelificación. Este fenómeno se produce porque un exceso de alcohol –subproducto de las reacciones de hidrólisis y condensación– reduce las velocidades de reacción por disolución del propio sol. Esta disminución de velocidades provoca un aumento en la separación física entre partículas, dificultando que las reacciones sean completadas, y obstaculizando por tanto la formación de la red polimérica.¹² Laurence y col.¹¹ demuestran que en condiciones ácidas, la velocidad de condensación está gobernada por la carga superficial de las partículas de sílice coloidal. La tasa de condensación de la sílice es bastante baja cerca de su punto isoelectrico (pH=2), por lo que un aumento de pH incrementa la velocidad de condensación, reduciendo por tanto el tiempo de gelificación.

Por otra parte, según estudios de Echeverría y col.^{9,10}, si la velocidad de hidrólisis es mayor que la de condensación, se favorece la formación de partículas compactas, por lo que existe una relación entre el tamaño y volumen de poro, las condiciones de pH y la relación molar agua:TEOS. Estos estudios muestran que los valores de tamaño y volumen de poro son bajos en un intervalo de pH de 2 a 4; obteniéndose materiales microporosos a pH de 2.5 y mesoporosos a pH de 4.5. Bajo condiciones de catálisis ácida, la reacción de hidrólisis ocurre rápidamente y el producto experimenta también una condensación rápida. En condiciones ácidas, los grupos terminales $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ son más reactivos por efectos estéricos e inductivos, y entonces la reacción de hidrólisis conduce inicialmente a un alargamiento de las cadenas, y por tanto, a la formación de polímeros lineales. El entrecruzamiento de estas cadenas parcialmente reticuladas favorece la formación de microporos homogéneos, relativamente densos y estrechos.

El efecto de la temperatura y la relación molar agua:TEOS sobre las propiedades texturales de los geles de sílice también han sido analizadas por varios investigadores.^{9,10} Éstos demuestran que a 60 °C y con una relación molar agua:TEOS de 5.5, se favorece la reacción de hidrólisis y

el entrecruzamiento de las moléculas, dando como resultado estructuras menos compactas, con mayores áreas superficiales y con poros más amplios, en comparación con estructuras de geles obtenidos a 20 °C y con menor relación molar agua:TEOS. Estos resultados coinciden con los presentados por Azolin y col.,¹³ los cuales encuentran cambios significativos en las propiedades texturales de geles de sílice, en función de la relación molar agua:TEOS. Una relación molar superior a 2 produce un incremento en la porosidad, así como en el tamaño de poro, debido a que una rápida hidrólisis disminuye la velocidad de agregación de las partículas. Un efecto inverso se observa cuando se excede la relación molar agua:TEOS, debido a una disolución de las especies hidrolizadas, la cual inhibe la nucleación y las reacciones de condensación, provocando por tanto, una disminución en la porosidad total y en el tamaño de poro. Otros investigadores¹⁴ han estudiado el efecto que la temperatura tiene durante la etapa de envejecimiento en condiciones ácidas, sobre algunas propiedades texturales de geles de sílice. Sus resultados demuestran un incremento en la precipitación de partículas de sílice a altas temperaturas.

Por otra parte, en condiciones básicas de síntesis, Musgo y col.¹⁵ demuestran que la densidad del esqueleto de los geles de sílice es incrementada al aumentar la relación molar agua:TEOS, debido a que la hidrólisis de los grupos etoxi se ve favorecida. La presencia de grupos etoxi residuales debida a una incompleta hidrólisis, contribuye a una baja densidad del esqueleto del gel. En condiciones de pH entre 8 y 9, las relaciones molares alcohol:TEOS y agua:TEOS tienen un efecto opuesto. Un incremento en la relación molar alcohol:TEOS conduce a un aumento en el área superficial de los geles, disminuyendo el volumen y tamaño de poro. Una alta relación molar agua:TEOS da como resultado geles con alto volumen poroso y pequeña área superficial, como consecuencia de la fuerte influencia del disolvente sobre la hidrólisis del TEOS y de la formación de las primeras partículas.

Green y col.¹⁶ analizaron la cinética de las reacciones en condiciones básicas y el efecto de la concentración de agua sobre las reacciones de hidrólisis y condensación en los primeros tiempos de reacción. Los resultados publicados demuestran que la reacción de hidrólisis es la etapa limitante para la formación de las primeras partículas. Para que se produzca condensación en medio básico se requiere una concentración superior a 0.01M de especies Si-OH, lo que permite

formar las primeras nanoestructuras. Además, los valores de las constantes de velocidad determinados demuestran que la hidrólisis del TEOS es fuertemente dependiente de las concentraciones de agua en comparación con el efecto del catalizador.

En cuanto a las propiedades mecánicas de geles de sílice, Xiaohong Li y col.¹⁷ demostraron cómo los valores de módulo elástico de películas mesoporosas son incrementados con un aumento en el contenido de vapor de agua en el ambiente a altas temperaturas. Este aumento del módulo elástico es consecuencia de la disminución de la flexibilidad que experimentan los geles en dichas condiciones, permitiendo una menor deformación de los nanomateriales. En este sentido, algunos autores¹⁸ han publicado resultados de productos para conservación-restauración de roca afectados por las condiciones ambientales de intervención, mostrando una mayor generación de microporosidad en geles de sílice –debida al incremento en los tamaños de las nanopartículas y a la reducción de las distancias interparticulares– cuando son expuestos a condiciones de alta humedad relativa. Estas diferentes características texturales no tienen consecuencias graves en algunos aspectos importantes que afectan a la interacción roca-tratamientos (disminución de porosidad total de la roca, permeabilidad al vapor de agua, etc.). En este trabajo, se ha comprobado que la eficacia consolidante de los geles generalmente mejora en condiciones de baja humedad relativa gracias a la formación de una capa densa sobre la superficie pétreo. Pittaluga y col.¹⁹ observan que cuando varias dispersiones acuosas de nanopartículas de sílice (Syton ® X 30) son aplicadas en condiciones de alta humedad relativa, demuestran mayor eficacia consolidante y menor velocidad de absorción de agua que cuando son aplicadas en condiciones de menor humedad. No obstante, los cambios cromáticos provocados por los tratamientos aumentan en condiciones de alta humedad relativa.

En esta misma línea, Silva y col.²⁰ evaluaron la eficacia de diferentes productos consolidantes e hidrofugantes sobre sustratos graníticos húmedos que contienen cierta cantidad de sales solubles; concluyendo que la presencia de sales y/o agua, modifica sensiblemente la cinética de polimerización de los alcoxisilanos.

2.3 NANOMATERIALES OBJETO DEL PRESENTE ESTUDIO

Durante los últimos años en México se han utilizado productos consolidantes de diferente naturaleza química (hidróxido de bario, resinas epóxicas, alcoxisilanos, baba de nopal, etc.).²¹⁻²⁶ No obstante, el diseño de productos consolidantes para roca patrimonial es un campo de investigación que aún no se ha desarrollado satisfactoriamente en México. A comienzos de la presente década, investigadores de la Universidad Nacional Autónoma de México desarrollaron materiales organosilícicos con eficacia consolidante sobre probetas de toba volcánica, procedentes del proyecto de restauración de la Iglesia de Santa Mónica (Guadalajara).²⁷ En concreto, se trata de dos tipos de materiales que contienen TEOS como precursor polimérico y dilaurato de dibutil estaño (DLS) como catalizador; siendo la única diferencia entre ambos, la incorporación o no de trisecbutóxido de aluminio (TSA). Ambas rutas de síntesis fueron realizadas a temperatura ambiente y con pH=5.

El mecanismo por el cual se forma la red tridimensional es el siguiente:^{28,29}

donde Bu: butil, OCOR': laurato, y R': CH₂(CH₂)₉CH₃

El TEOS en medio ácido se hidroliza según la siguiente reacción:

donde Et: etilo y x=4

Las reacciones posteriores de condensación del TEOS son las siguientes:

El TEOS hidrolizado también reacciona con el catalizador según las siguientes reacciones:

En el caso del consolidante con TSA, primero ocurre la hidrólisis de éste, según la siguiente reacción:^{30,31}

donde Bu^s: sec-butil, y= 3

Posteriormente se produce la condensación entre el TSA y las moléculas previamente hidrolizadas del TEOS, según la siguiente reacción:

Ambos xerogeles obtenidos tienen un diámetro promedio de poro de 1.9 nm y un área superficial de 1.56 m²g⁻¹. A pesar de los buenos resultados de eficacia sobre rocas silíceas, éstos se fracturan durante la etapa de secado de los geles.²⁷ Como se ha comentado anteriormente, la fractura del gel es consecuencia del elevado valor de presión capilar que soporta éste conforme va reduciendo su volumen.^{1,8} Las interfases líquido-vapor cóncavas de los poros favorecen las diferencias de presión capilar a lo largo de todo el sistema, las cuales son cuantificadas mediante la ecuación de Young-Laplace para poros cilíndricos, y se expresan de la siguiente forma:

$$P_c = \frac{2\gamma_{LV}\cos\theta}{r_p} \quad (2.13)$$

donde P_c es la presión capilar; γ_{LV} es la tensión superficial líquido-vapor; θ es el ángulo de contacto entre el líquido y la superficie del poro; y r_p es el radio del poro.

El sistema equilibra estas diferencias de presión mediante la contracción del material, de manera que en el caso de un gel deformable, la contracción continúa hasta que sus poros colapsan completamente. Si el gel tiene cierta rigidez –como es el caso de los geles utilizados para conservación-restauración de roca– se llega a un punto en el que la contracción no puede

continuar y el material se fractura, lo que puede limitar parcialmente su eficacia como tratamiento de conservación-restauración de material pétreo.

Sin embargo, el grupo de investigación “Tamices Moleculares y otros Nanomateriales” de la Universidad de Cádiz, ha conseguido obtener xerogeles libres de fractura, optimizando formulaciones inspiradas en la síntesis de tamices moleculares, la cual permite obtener nanomateriales con tamaños de poro uniformes (Figura 2.1).^{32,33}

Figura 2.1 Xerogeles libres de fractura obtenidos en la Universidad de Cádiz.³⁴

La obtención de estos xerogeles monolíticos y transparentes se consigue mezclando un precursor polimérico (TEOS) y un tensoactivo no iónico (n octilamina) en una concentración superior a su concentración micelar crítica (CMC). La polimerización del TEOS ocurre de forma espontánea alrededor de los agregados micelares. Como el tensoactivo utilizado es no iónico, las fuerzas de interacción entre los grupos Si-OH del TEOS y las micelas del tensoactivo son débiles (puentes de hidrógeno), por lo que por simple secado al aire, el tensoactivo se descompone y actúa como plantilla de los poros del nanomaterial. Estos xerogeles se caracterizan por tener una distribución uniforme de tamaños de poros, los cuales corresponden a los agregados micelares eliminados (Figura 2.2).

Figura 2.2 Efecto tamiz molecular en nanomateriales mesoestructurados, utilizando un tensioactivo no iónico como plantilla.³⁵

La eficacia consolidante y durabilidad de este tipo de productos fue demostrada sobre rocas patrimoniales de diferente naturaleza.³⁶ Posteriormente, el grupo de investigación dotó de propiedades hidrofugantes a sus productos, incorporando un organosiloxano (polidimetilsiloxano con grupos OH terminales, PDMS) al sol de TEOS en presencia del tensioactivo no iónico, obteniendo un gel híbrido orgánico-inorgánico por co-condensación de TEOS y PDMS. Este organosiloxano aporta al material las dos siguientes propiedades:³⁷ (1) Hidrofugante, debido a la combinación de dos efectos (el generado por los grupos metilo integrados en la red de sílice que reducen la energía superficial en la interfase de contacto, y el efecto causado por el incremento de rugosidad superficial); y (2) Elasticidad, lo que ayuda a prevenir la fractura.^{33,38} Este tipo de productos demostró una doble propiedad (consolidante e hidrofugante) mediante una única aplicación, lo que tiene un gran interés en el campo de la conservación-restauración de roca patrimonial.³⁶

Actualmente, en el Área de Química Aplicada, de la Universidad Autónoma Metropolitana (UAM) (Unidad Azcapotzalco), se están diseñando nuevas rutas de síntesis basadas en las formulaciones de este grupo de investigación, con el propósito de dotar de nuevas propiedades a los tratamientos en roca, que ayuden a contrarrestar determinados procesos de deterioro. No obstante, la complejidad del proceso sol-gel y las diferentes condiciones climáticas a las que pueden ser expuestos estos materiales, hacen prioritario el presente estudio para conocer cómo la humedad relativa y la temperatura afectan a algunas propiedades microestructurales de los geles, así como a la eficacia y durabilidad de estos tratamientos de conservación-restauración de roca.

Bibliografía

- (1) Baglioni, P.; Chelazzi, D.; Giorgi, R. *Nanotechnologies in the Conservation of Cultural Heritage*; Ed. Springer. New York (USA), 2015.
- (2) Zarraga, R.; Cervantes, J.; Álvarez, E. La Investigación Científica en la Conservación de Monumentos de Cantera. *Acta Univ.* **2006**, *16* (2), 38–50.
- (3) Doehne, E.; Price, C. A. *Stone Conservation an Overview of Current Research*; Ed. The Getty Conservation Institute. Los Angeles (USA), 2010.
- (4) Wheeler, G. *Alkoxysilanes and the Consolidation of Stone*; Ed. The Getty Conservation Institute. Los Angeles (USA), 2005.
- (5) Goins, E. S. Alkoxysilane Stone Consolidants: The Effect Of The Stone Substrate On The Polymerization Process, University College London, 1995.
- (6) Jeffrey, C.; Wheeler, G. *Sol-Gel Science*; Ed. Academic Press. New York (USA), 1990
- (7) Levy, D.; Zayat, M. *The Sol-Gel Handbook*; Ed. Wiley-VCH. Weinheim (Alemania), 2015.
- (8) Scherer, G. W. Theory of Drying. *J. Am. Ceram. Soc.* **1990**, *73*, 3–14.
- (9) Estella, J.; Echeverría, J. C.; Laguna, M.; Garrido, J. J. Silica Xerogels of Tailored Porosity as Support Matrix for Optical Chemical Sensors. Simultaneous Effect of pH, Ethanol:TEOS and Water:TEOS Molar Ratios, and Synthesis Temperature on Gelation Time, and Textural and Structural Properties. *J. Non. Cryst. Solids* **2007**, *353* (3), 286–294.
- (10) Echeverría, J. C.; Estella, J.; Barbería, V.; Musgo, J.; Garrido, J. J. Synthesis and Characterization of Ultramicroporous Silica Xerogels. *J. Non. Cryst. Solids* **2010**, *356* (6–8), 378–382.

- (11) Meixner, D. L.; Dyer, P. N. Influence of Sol-Gel Synthesis Parameters on the Microstructure of Particulate Silica Xerogels. *J. Sol-Gel Sci. Technol.* **1999**, *14*, 223–232.
- (12) Venkateswara Rao, A.; Bhagat, S. D. Synthesis and Physical Properties of TEOS-Based Silica Aerogels Prepared by Two Step (Acid-Base) Sol-Gel Process. *Solid State Sci.* **2004**, *6* (9), 945–952.
- (13) Azolin, D. R.; Moro, C. C.; Costa, T. M. H.; Benvenutti, E. V. Effects of Organic Content and H₂O/TEOS Molar Ratio on the Porosity and Pore Size Distribution of Hybrid Naphthaleneaminepropylsilica Xerogel. *J. Non. Cryst. Solids* **2004**, *337* (3), 201–206.
- (14) Smitha, S.; Shajesh, P.; Kumar, S. R.; Krishna Pillai, P.; Warriar, K. G. K. Effect of Aging Temperature on the Porosity Characteristics of Subcritically Dried Silica Aerogels. *J. Porous Mater.* **2007**, *14* (1), 1–6.
- (15) Musgo, J.; Echeverría, J. C.; Estella, J.; Laguna, M.; Garrido, J. J. Ammonia-Catalyzed Silica Xerogels: Simultaneous Effects of pH, Synthesis Temperature, and ethanol:TEOS and water:TEOS Molar Ratios on Textural and Structural Properties. *Microporous Mesoporous Mater.* **2009**, *118* (1–3), 280–287.
- (16) Green, D. L.; Jayasundara, S.; Lam, Y.-F.; Harris, M. T. Chemical Reaction Kinetics Leading to the First Stöber Silica Nanoparticles -- NMR and SAXS Investigation. *J. Non. Cryst. Solids* **2003**, *315* (1–2), 166–179.
- (17) Li, X.; Birnbaum, J. C.; Williford, R. E.; Fryxell, G. E.; Coyle, C. a; Dunham, G. C.; Baskaran, S. Effect of Humidity Treatments on Porosity and Mechanical Integrity of Mesoporous Silica Films. *Chem. Commun.* **2003**, No. 16, 2054–2055.
- (18) Zornoza-Indart, A.; Lopez-Arce, P. Silica Nanoparticles (SiO₂): Influence of Relative Humidity in Stone Consolidation. *J. Cult. Herit.* **2016**, *18*, 258–270.
- (19) Pittaluga, D.; Fratini, F.; Nielsen, A.; Rescic, S. Industrial Archaeological Architectonic Remains: The Consolidation in Humid Areas. In *28° Convegno Internazionale Scienza e Beni culturali*, Italia, 2012.

- (20) Silva, B.; Rivas, T.; Prieto, B. Tratamientos de Consolidación E Hidrofugación Aplicados a Sustratos Graníticos Húmedos Y Contaminados Por Sales Solubles. *Mater. Construcción* **2000**, *50* (257), 15–31.
- (21) Salazar-Hernández, C.; Zárraga, R.; Alonso, S.; Sugita, S.; Calixto, S.; Cervantes, J. Effect of Solvent Type on Polycondensation of TEOS Catalyzed by DBTL as Used for Stone Consolidation. *J. Sol-Gel Sci. Technol.* **2009**, *49* (3), 301–310.
- (22) Salazar-Hernández, C.; Cervantes, J.; Puy-Alquiza, M. J.; Miranda, R. Conservation of Building Materials of Historic Monuments Using a Hybrid Formulation. *J. Cult. Herit.* **2015**, *16* (2), 185–191.
- (23) Zárraga, R.; Cervantes, J.; Salazar-Hernandez, C.; Wheeler, G. Effect of the Addition of Hydroxyl-Terminated Polydimethylsiloxane to TEOS-Based Stone Protective Materials. *J. Sol-Gel Sci. Technol.* **2010**, *11*, 138–144.
- (24) Barajas, M.; Bosch, P.; Malvaéz, C.; Barragán, C.; Lima, E. Stabilization of the Tlaltecuhltli Monolith Pigments. *J. Archaeol. Sci.* **2010**, *37* (11), 2881–2886.
- (25) Barajas, M.; Lima, E.; Lara, V. H.; Negrete, J. V.; Barragán, C.; Malvaéz, C.; Bosch, P. Effect of Organic and Inorganic Consolidation Agents on Tlaltecuhltli Monolith. *J. Archaeol. Sci.* **2009**, *36* (10), 2244–2252.
- (26) Grimaldi, D. M.; Pérez, N. A.; Porter, J. H. The Preservation of Sandstone Reliefs at the Archaeological Site of Tajín, México, Using Colloidal Silica. In *12th International Congress on the Deterioration and Conservation of Stone, New York, 22-26 October 2012; USA, 2012*.
- (27) Ariadna, N.; Lima, E.; Bosch, P.; Méndez-vivar, J. Consolidating Materials for the Volcanic Tuff in Western Mexico. *J. Cult. Herit.* **2014**, *15* (4), 352–358.
- (28) Méndez-Vivar, J. The Interaction of Dibutyltin Dilaureate with Tetraethyl Orthosilicate in Sol-Gel Systems. *J. Sol-Gel Sci. Technol.* **2006**, *38* (2), 159–166.
- (29) Castellanos, N. A. P. Conservación Del Patrimonio Pétro: Evaluación de la Toba

Volcánica del Occidente de México, Universidad Nacional Autónoma de México, 2012.

- (30) Minor-Pérez, E.; Mendoza-Serna, R.; Méndez-Vivar, J.; Pless, R. C.; Quintana-Zavala, D.; Torres-Robles, R. Preparation and Characterization of Multicomponent Porous Materials Prepared by the Sol-Gel Process. *J. Porous Mater.* **2006**, *13* (1), 13–19.
- (31) Pozarnsky, G. A.; McCormick, A. V. Multinuclear NMR Study of Aluminosilicate Sol-Gel Synthesis Using the Prehydrolysis Method. *J. Non. Cryst. Solids* **1995**, *190*, 212–225.
- (32) Mosquera Díaz, M. J.; Montes, A.; de Los Santos D.M. Procedimiento para Consolidar Rocas y Otros Materiales de Construcción. EP06807842,7, 2008.
- (33) Mosquera, J.; Santos, M. D. L.; Valdez-Castro, L.; Esquivias, L. New Route for Producing Crack-Free Xerogels: Obtaining Uniform Pore Size. *J. Non. Cryst. Solids* **2008**, *354*, 645–650.
- (34) Illescas Salinas, J. F. Nuevos Nanomateriales para la Conservación del Patrimonio Monumental Andaluz, Universidad de Cádiz, 2012.
- (35) Prado, A. G. S.; Airoidi, C. Different Neutral Surfactant Template Extraction Routes for Synthetic Hexagonal Mesoporous Silicas. *J. Mater. Chem.* **2002**, *12* (12), 3823–3826.
- (36) Mosquera, M. J.; De Los Santos, D. M.; Rivas, T. Surfactant-Synthesized Ormosils with Application to Stone Restoration. *Langmuir* **2010**, *26* (9), 6737–6745.
- (37) Illescas, J. F.; Mosquera, M. J. Producing Surfactant-Synthesized Nanomaterials In Situ on a Building Substrate, without Volatile Organic Compounds. *ACS Appl. Mater. Interfaces* **2012**, *4*, 4259–4269.
- (38) Mosquera Díaz, M. J.; Illescas Salinas, J. F.; Facio Silva, D. S. Producto Consolidante, Hidrofugante y Superhidrofugante para Rocas y Otros Materiales de Construcción. P201200152, 2012

Capítulo 3 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

3.1 JUSTIFICACIÓN

3.2 HIPÓTESIS

En México el diseño de nuevos productos para conservación-restauración de bienes pétreos de interés patrimonial, es un campo profesional poco desarrollado. Por tanto, los productos consolidantes e hidrofugantes son importados a un alto costo desde Estados Unidos y Europa. Teniendo en cuenta que estas formulaciones están basadas en las experiencias y condiciones de intervención existentes en los diferentes países extranjeros, su aplicabilidad en México difiere debido a las distintas condiciones de exposición en el patrimonio pétreo mexicano.ⁱ

Los restauradores se han enfrentado a problemas de diversa índole, como por ejemplo, la variedad de condiciones climáticas en las zonas de intervención, el elevado deterioro de elementos favorecido por condiciones climáticas muy adversas, etc. la elevada agresivos en algunos casos, provocando un gran deterioro en las estructuras pétreas. Además, la falta de conocimiento del comportamiento físico y químico de los diferentes productos para consolidación e hidrofugación ha llevado a malas decisiones de uso (por ejemplo, Paraloid B52 aplicado en excesivas cantidades en los murales de las ruinas de Cacaxtla.ⁱⁱ En concreto, en México existe la necesidad de desarrollar materiales para conservación-restauración de bienes culturales pétreos, especialmente productos consolidantes e hidrofugantes basados en alcoxisilanos, ya que como se ha descrito anteriormente, son los más idóneos para este fin. Además, es muy importante llevar a cabo investigaciones sobre la compatibilidad entre las nuevas formulaciones y los diferentes sustratos pétreos (en función del entorno de intervención), para lograr un completo entendimiento de los fenómenos físicos y químicos que se llevan a cabo en los procesos de consolidación e hidrofugación. Con esto, se busca lograr una buena toma de decisiones sobre el tipo de producto y su forma de aplicación por parte de los restauradores a cargo de los proyectos de intervención.

ⁱ Pérez, N.A.; Lima, E. Intervención, Diseño y evaluación de consolidantes para el patrimonio pétreo de origen volcánico. *Intervención, INAH*. Ciudad de México 2013, pp 5-12.

ⁱⁱ Alonso, A.; García V.A. Propuesta de Lineamientos Teóricos y Prácticos de la Subdirección de Conservación Arqueológica de la Coordinación Nacional de Conservaciones del Instituto Nacional de Antropología e Historia. En *10 Coloquio del Seminario de Estudio y Conservación del Patrimonio Cultural*, México, 2005.

3.1 JUSTIFICACIÓN

Evaluaciones realizadas en México de eficacia consolidante e hidrofugante de tratamientos basados en alcoxisilanos, han mostrado resultados muy variables según varios factores. En algunos casos de estudio, se ha demostrado que los valores de temperatura y humedad relativa existentes en los ambientes de intervención —así como las variaciones de estos valores— han sido factores responsables de resultados de eficacia poco satisfactorios. Hechos como la gran variedad climática de México, el elevado número de importantes elementos pétreos expuestos a la intemperie, así como la “vulnerabilidad” del proceso sol-gel de productos para conservación-restauración de roca, hacen muy interesante la adecuación de sus estrategias de síntesis en función del régimen climático de los ambientes de intervención.

Por todo esto, es necesario conocer cómo la temperatura y la humedad relativa —dos factores de suma importancia en el proceso sol-gel de alcoxisilanos— afectan a determinadas propiedades fisicoquímicas de los geles y a su eficacia como tratamientos de conservación-restauración de roca. Este conocimiento que se pretende adquirir mediante el presente trabajo de investigación, ayudará a predecir la evolución de tratamientos con alcoxisilanos cuando queden expuestos a diferentes condiciones ambientales reales. Además, las conclusiones obtenidas del presente trabajo, pueden contribuir en el futuro a la optimización de estrategias de síntesis de nanomateriales vía sol-gel en función de las condiciones climáticas existentes en los ambientes de intervención.

3.2 HIPÓTESIS

Considerando que los parámetros ambientales influyen directamente sobre las propiedades del sol de partida y sobre las condiciones del proceso sol-gel completo, nuestra hipótesis es que bajo diferentes condiciones controladas de temperatura y humedad relativa, se obtendrán geles con microestructuras y propiedades mecánicas distintas, lo que provocará grados variables de eficacia como tratamientos de conservación-restauración en la roca objeto de estudio.

Capítulo 4 OBJETIVOS

4.1 OBJETIVO GENERAL

4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

4.1 OBJETIVO GENERAL

El objetivo general de este trabajo de investigación se centra en establecer las relaciones existentes entre:

- ❖ Parámetros ambientales (concretamente, la temperatura y humedad relativa) presentes durante el proceso sol-gel de diferentes nanomateriales
- ❖ Propiedades de los geles obtenidos (centrándonos en la elasticidad y porosidad)
- ❖ La eficacia consolidante e hidrofugante de éstos sobre una roca representativa del patrimonio monumental del centro de México.

4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Para cumplir con el objetivo general, se consideran los tres objetivos específicos que se presentan a continuación:

1. Determinar el efecto de la temperatura sobre el grado de contracción de los nanomateriales durante la etapa de envejecimiento y secado, y sobre su elasticidad y porosidad.
2. Determinar el efecto de la humedad relativa sobre el grado de contracción de los nanomateriales durante la etapa de envejecimiento y secado, y sobre su elasticidad y porosidad.
3. Establecer las relaciones que existen entre la elasticidad y porosidad de los geles, y las eficacias consolidante e hidrofugante de éstos sobre la toba volcánica seleccionada.

Capítulo 5 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

- 5.1 DESARROLLO DE LOS SISTEMAS DE CONTROL
- 5.2 PREPARACIÓN Y EXPOSICIÓN DE LAS MUESTRAS
- 5.3 CARACTERIZACIÓN
- 5.4 EVALUACIÓN DE TRATAMIENTOS

El desarrollo experimental de este trabajo de Tesis de Maestría se ha dividido en cuatro etapas fundamentales (Figura 5.1): (Etapa 1) Construcción y optimización de cinco sistemas con condiciones controladas de humedad relativa y temperatura; (Etapa 2) Síntesis y aplicación de los productos seleccionados sobre una roca patrimonial mexicana, y exposición de las muestras en los sistemas de control; (Etapa 3) Caracterización de los nanomateriales una vez finalizada la etapa de secado; y (Etapa 4) Evaluación de la interacción roca-tratamientos y de las eficacias consolidante e hidrofugante de los productos.

Figura 5.1 Etapas del trabajo de investigación.

5.1 DESARROLLO DE LOS SISTEMAS DE CONTROL

La construcción y desarrollo de los sistemas con condiciones de humedad relativa y temperatura controladas se realizó con la finalidad de reproducir condiciones ambientales reales, las cuales simulan diferentes tipos de climas presentes en varios estados de la república mexicana (Veracruz, Campeche, Yucatán, Tabasco, Sonora, Nuevo León, Guanajuato, Jalisco, Tamaulipas, etc.) La nomenclatura utilizada para los 5 sistemas de control corresponde con el sistema de clasificación climática propuesta por Köppen en 1936,¹ denotándolos como: climas tropicales subhúmedos (Aw' y Aw), clima templado subhúmedo (Cw_1), clima semiseco (BS) y clima templado húmedo (Cw_2) (Tabla 5.1). El proceso sol-gel de todos los nanomateriales seleccionados fue completado bajo las diferentes condiciones climáticas controladas. Con el propósito de discriminar cómo afecta cada factor (humedad relativa y temperatura) de forma individual a algunas características de los geles obtenidos, los sistemas de control se dividieron en dos grupos:

- Grupo 1: Sistemas con humedad relativa constante y temperaturas diferentes. Este grupo está formado por los sistemas Aw' , Aw y Cw_1 .
- Grupo 2: Sistemas con temperatura constante y humedades relativas diferentes. Los sistemas que integran este grupo son Cw_1 , BS y Cw_2 .

Los valores constantes de temperatura y humedad relativa de ambos grupos (50% HR y 20 °C), son representativos de las condiciones promedio de laboratorio. Estas condiciones son las reproducidas para el caso de un clima templado subhúmedo, el cual se incluye en ambos grupos de sistemas.

Tabla 5.1 Condiciones de humedad relativa y temperatura en los sistemas de control.

Clasificación climática	Sistema	Temperatura (°C)	Humedad relativa (% HR)	Estados
Tropical subhúmedo	Aw'	60	50	Mérida, Campeche, etc.
Tropical subhúmedo	Aw	40		Oaxaca, Guerrero, etc.
Templado subhúmedo	Cw ₁	20		Jalisco, Guanajuato, etc.
Semiseco	BS		25	Sonora Chihuahua, etc.
Templado húmedo	Cw ₂		90	Veracruz, Tabasco, etc.

Algunas condiciones de temperatura y humedad relativa reproducen situaciones de máxima temperatura y humedad relativa a las que puede estar sometido un monumento histórico (condiciones climáticas Aw' y Cw₂, respectivamente). Si bien, la temperatura para un clima Aw' no ha sido registrada jamás en ningún censo oficial mexicano como temperatura ambiental, algunos autores han registrado temperaturas superiores a 45 °C en la superficie de construcciones teniendo una temperatura ambiente de 37 °C.² Por tanto, considerando que las temperaturas máximas para algunas regiones de México son superiores a 42 °C,³ es muy probable que existan situaciones en las que la radiación solar y la absorción de calor de los materiales de construcción, provoque temperaturas cercanas a los 60 °C en superficies pétreas de algunas construcciones expuestas a la intemperie. Este hecho justifica la inclusión en el estudio del sistema Aw' como caso extremo de clima tropical subhúmedo.

5.1.1 DISEÑO DE LOS SISTEMAS DE CONTROL

La primera etapa fue desarrollada en conjunto con el M. en D.I. Diego Valadez Saenz (fundador de la empresa LASCA ESTUDIO). Esta colaboración con la empresa consistió en la construcción y optimización de los cinco sistemas de control.

El desarrollo de los dispositivos de control ambiental constó de las siguientes fases:

1. Selección de la plataforma tecnológica: Evaluación de diferentes aspectos clave como las tecnologías disponibles en el mercado, comparativas de la relación costo-beneficio, facilidades de uso, disponibilidades de información en las fuentes abiertas, versatilidad en cuanto al empleo de dispositivos electrónicos compatibles, etc.
2. Diseño de la interfaz física: Disposición de las conexiones de los dispositivos electrónicos para propiciar el funcionamiento particular y la comunicación del sistema global para recibir datos (*inputs*) y generar respuestas (*outputs*). Diseño de los actuadores de regulación ambiental (humidificadores, deshumidificadores, calentadores, etc.).
3. Programación de acciones y procesos: Diseño de las acciones de interpretación mediante un microprocesador, a partir de datos registrados en sensores y traducidos en acciones específicas para los actuadores. Conectividad entre los dispositivos y la red para recopilar y almacenar datos de manera virtual.
4. Diseño de carcasas: Esquematización y desarrollo de un prototipo físico. Diseño de la forma del dispositivo de acuerdo con las características del lugar en el que está destinado (selección de materiales, colores, texturas, etc.), haciendo uso de nuevas tecnologías de diseño rápido (*rapid prototyping*), tales como corte láser e impresión 3D.
5. Diseño de la interfaz visual: Representación de los datos registrados (*inputs*) de manera gráfica en tiempo real por medio de una plataforma digital programada en código HTML, con el fin de facilitar la lectura e interpretación de la información.

5.1.2 IMPLEMENTACIÓN DE LA PLATAFORMA ARDUINO

La plataforma que se utilizó para censar y controlar las condiciones de temperatura y humedad relativa de cada uno de los sistemas, fue una plataforma física computacional de código abierto conocida como Arduino, la cual se basa en un tablero con simples entradas y salidas (*inputs, outputs, I/O*) y un lenguaje computacional (basado en el cableado) que se desarrolla a través del software Arduino (IDE).^{4,5}

5.1.3 DESARROLLO DE LA ESTACIÓN DE MEDICIÓN Y CONTROL AMBIENTAL

A partir del empleo de la plataforma Arduino, se desarrolló la Estación de Medición y Control Ambiental (EMCA): un dispositivo de medición y control capaz de registrar los valores ambientales, y de generar acciones para estabilizar las condiciones deseadas (Tabla 5.1), modificando automáticamente los valores de temperatura y humedad relativa. El dispositivo EMCA se compone de tres sistemas generales que trabajan de forma conjunta (Figura 5.2): (1) Los sensores, encargados de la recolección de datos ambientales en tiempo real; (2) La estación de procesamiento ambiental, donde los microcontroladores se encargan de la interpretación, almacenamiento y procesamiento de valores. A partir de éstos se establecen criterios de humedad relativa y temperatura específicos para cada sistema de control, por medio de un programa escrito en código Arduino; y (3) La estación de control ambiental, conformada por actuadores diseñados para manipular un ambiente confinado.

Figura 5.2 Prototipo EMCA (Elaboración de LASCA ESTUDIO).

Para el diseño de la interfaz física EMCA, se compararon y eligieron diversos sensores de humedad relativa y temperatura, de acuerdo a su precisión, precio y calidad. Asimismo, se eligieron diversos actuadores entre los que se incluyen calentadores basados en resistencias eléctricas y humidificadores ultrasónicos. Para la construcción de esta interfaz se hizo una caja ensamblable rígida y resistente para proteger los circuitos centrales, haciendo uso de madera de fibra MDF cortada con láser (Figura 5.3a). Dentro de las funciones principales del sistema de recolección de datos, se encuentra la representación de éstos en tiempo real mediante una pantalla LCD, ubicada en la parte frontal del dispositivo (Figura 5.3b).

Figura 5.3 Interfaz física EMCA: a) Carcasa con placa Arduino y sensores de temperatura y humedad relativa, b) Pantalla LCD con datos en tiempo real del clima semiseco.

Para la recolección de datos se adaptó un sistema de antenas inalámbricas que permiten la adquisición de éstos a través de internet. Se diseñó una interfaz en línea que permitió la fácil visualización, almacenamiento, interpretación y manipulación de los datos registrados. La recolección de datos en el servidor es en tiempo real, permitiendo visualizar, comparar y graficar la información recabada de manera instantánea, logrando así contribuir al monitoreo y salvaguarda de las condiciones ambientales en cada sistema de control.

Para el caso de los humidificadores, se diseñaron carcasas mediante la implementación de tecnología de impresión 3D con materiales resistentes al ambiente, con el fin de proteger los circuitos electrónicos, y así poder asegurar el funcionamiento del producto, empleando un

plástico ABS resistente a altas temperaturas e impermeable (Figura 5.4). Asimismo, dado que las estaciones de control ambiental (o actuadores) requieren un flujo de agua constante para mantener los humidificadores ultrasónicos activos, fue también necesario incorporar un sistema de nivel de agua electrónico que se encarga de dosificar la cantidad exacta de líquido cuando es necesario.

Figura 5.4 Humidificador fabricado mediante impresión 3D.

Finalmente, en la programación se buscó que los dispositivos respondieran de manera autónoma, permitiendo acciones específicas en los actuadores para estabilizar las condiciones ambientales de cada uno de los sistemas con $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $\pm 5\%$ HR. En el presente trabajo no se profundiza en determinados aspectos referentes al diseño de la placa Arduino y a las conexiones de los sensores y actuadores, así como a la programación utilizada para el desarrollo de la interfaz EMCA, debido a que toda esta información es propiedad intelectual de la empresa LASCA ESTUDIO.

5.1.4 CONSTRUCCIÓN DE LOS SISTEMAS DE CONTROL

Una vez probada la interfaz física EMCA, se realizó el montaje de los sistemas de control para los cuales se requirieron dos interfaces. Una interfaz física EMCA controla las condiciones de los sistemas que representan al clima templado subhúmedo (Cw_1), semiseco (BS) y templado húmedo (Cw_2); mientras que otra interfaz EMCA controla las condiciones de los sistemas que representan a los climas tropicales subhúmedos (Aw' y Aw).

Los sistemas de control subhúmedo (Cw_1) y semiseco (BS) se construyeron con plástico de tipo acrílico y tienen unas dimensiones de 42x42x42 cm. A cada sistema se le adaptó un segundo nivel para aprovechar más espacio en el interior. El sistema templado subhúmedo (Cw_2) es un capelo de acrílico con base de madera con unas dimensiones de 37x45x70 cm, cedido por la Escuela Nacional de Conservación, Restauración y Museografía “Manuel del Castillo Negrete” (ENCRyM-INAH). En los sistemas templado subhúmedo (Cw_1) y templado húmedo (Cw_2) se instaló un humidificador para cada situación climática (Figura 5.4). En el sistema semiseco (BS) se utilizó gel de sílice para ayudar a reproducir la condición de baja humedad relativa. Posteriormente, se incorporaron los sensores de temperatura y humedad relativa. Los tres sistemas Cw_1 , BS y Cw_2 fueron tapados durante todo el experimento mediante cubiertas vinílicas tipo *black out* con el objeto de conseguir las mismas condiciones de oscurecimiento total que en los sistemas Aw' y Aw . De esta forma, se ha evitado en todos los sistemas de control el posible efecto de la luz sobre la evolución de los nanomateriales (Figura 5.5).

Figura 5.5 Sistemas de control que reproducen condiciones de clima templado subhúmedo, semiseco y templado húmedo.

Para reproducir las condiciones de los climas tropicales subhúmedos (Aw' y Aw) se utilizaron hornos de calentamiento convencional para el control de la temperatura, por lo que los sistemas se construyeron con vidrio templado. Las dimensiones de estos sistemas son 35x29x30 cm. Igualmente, se adaptaron los sensores de temperatura y humedad relativa, así como los humidificadores para el control de las condiciones deseadas (Figura 5.6).

Figura 5.6 Sistemas de control que reproducen condiciones de climas tropicales subhúmedos.

5.2 PREPARACIÓN Y EXPOSICIÓN DE LAS MUESTRAS

5.2.1 SELECCIÓN DEL MATERIAL PÉTREO

Algunas de las características pétreas más influyentes en la eficacia de un tratamiento de conservación-restauración, son la composición química y la estructura (siendo decisiva la porosidad)⁶. Para este trabajo de investigación se ha seleccionado una roca silícea de porosidad intermedia, la cual fue cedida por la Coordinación Nacional de Conservación del Patrimonio Cultural (CNCPC-INAH). Las probetas de roca se obtuvieron del proyecto de restauración arquitectónica del Museo Nacional de las Culturas (en Ciudad de México), y posteriormente fueron cortadas con dimensiones de 5x2x2 cm (Figura 5.7). Una caracterización parcial de dichas probetas fue realizada por la CNCPC-INAH como parte del proyecto de licenciatura de la alumna Karla Xóchitl Yarza Covarrubias, de la Escuela de Conservación y Restauración de Occidente (ECRO-INAH). Parte de los resultados de esta caracterización se muestran en el Capítulo 5, los cuales ayudan en la interpretación de algunos resultados.

Figura 5.7 Probeta de roca cedida por la CNCPC-INAH.

5.2.2 SÍNTESIS DE NANOMATERIALES

Los nanomateriales seleccionados para este trabajo de investigación son los siguientes:

- (1) Productos T.

En los laboratorios del Área de Química Aplicada, de la Universidad Autónoma Metropolitana (UAM) (Unidad Azcapotzalco), se sintetizaron tres productos desarrollados en la Universidad de Cádiz (UCA). Dos de ellos son productos T inorgánicos (T-2o y T-4o), ambos con propiedad consolidante. El tercero es un producto T híbrido orgánico-inorgánico (T-10P2o), con propiedad consolidante-hidrofugante. Los resultados asociados al desarrollo de estos nanomateriales fueron publicados en 2012⁷ y han sido objeto de una patente de invención en España.⁸

(2) TS3.

En el laboratorio de Conservación, Diagnóstico y Caracterización Espectroscópica de Materiales (CODICE), de la CNCPC-INAH, la Dra. Nora Pérez realizó la síntesis de este producto con propiedad consolidante, desarrollado en la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM). Los resultados de este producto fueron publicados en 2014.⁹

(3) TV100.

Producto comercial con propiedad consolidante (Tegovakon® V100), comercializado por la empresa EVONIK, compuesto por oligómeros de siloxano y el catalizador dilaurato de dioctilestaño (DOTL).

Los reactivos utilizados para las síntesis en laboratorio de los productos T y del producto TS3 se citan a continuación (sus fichas técnicas se incluyen en el Anexo A):

1. Oligómeros de silicio:

- Wacker® Silicate TES 40 WN (TES40). Mezcla de monómeros y oligómeros de siloxanos, comercializada por la empresa multinacional WACKER CHEMIE AG. El tamaño promedio de las cadenas de siloxanos es de cinco unidades Si-O. De acuerdo con la ficha técnica del producto, éste está constituido por oligómeros prehidrolizados de tetraetoxisilano.

- Polidimetilsiloxano con grupos OH terminales (PDMS): Organosiloxano suministrado por la empresa GELEST, INC.
- Tetraetoxisilano (TEOS): Alcoxisilano con un grado de pureza del 98%, suministrado por la empresa SIGMA-ALDRICH.

2. Catalizadores:

- N-octilamina: Tensioactivo no iónico con un grado de pureza del 99%, suministrado por la empresa SIGMA-ALDRICH.
- Dilaurato de Dibutilestano (DLS): Reactivo con un grado de pureza del 95%, suministrado por la empresa SIGMA-ALDRICH.

A continuación se describen brevemente los procedimientos de síntesis de los productos T y del producto TS3:

Síntesis de nanomateriales con propiedad consolidante:

A. Productos T inorgánicos:

Se prepara una disolución acuosa 1.57 M de n-octilamina mediante agitación mecánica. La concentración de este tensioactivo es significativamente superior al valor de su concentración micelar crítica (CMC), 0.01M.¹⁰

A continuación, la disolución acuosa de n-octilamina se mezcla con el producto comercial TES40 mediante agitación por ultrasonidos (potencia de 60 W) durante 10 minutos, para favorecer la homogeneización del sol. La disolución acuosa de n-octilamina se añade al sol en una proporción de 0.15% v/v en el caso del producto T-2o, y de 0.30% v/v en el caso del producto T-4o.

B. TS3:

Se prepara una mezcla de TEOS con 0.5% p/p de DLS mediante agitación mecánica a temperatura ambiente durante 72 horas.

Síntesis del nanomaterial con propiedad consolidante-hidrofugante:

A. Producto T híbrido orgánico-inorgánico:

Este producto se sintetiza de acuerdo con el método correspondiente al nanomaterial T-2o, pero incorporando PDMS gota a gota durante la segunda etapa del procedimiento. Este reactivo se añade al sol en una proporción de 10.45% v/v.

La nomenclatura empleada para los cuatro productos sintetizados en laboratorio se explica a continuación:

- (1) Productos T: el prefijo “T” hace referencia al precursor polimérico TES40; “2o” y “4o” se refieren al contenido en disolución acuosa de n-octilamina; y “10P” hace referencia al contenido en PDMS.⁷
- (2) Producto TS3: el prefijo “TS” se refiere al precursor polimérico TEOS; y “3” hace referencia al contenido en DLS.¹¹

5.2.3 EXPOSICIÓN DE LAS MUESTRAS

Una vez sintetizados los productos T y TS3, los soles fueron introducidos en recipientes cerrados de vidrio y protegidos de la luz durante cuatro días, con el propósito de simular un protocolo real de traslado e intervención en campo. Transcurrido este tiempo, estos productos y el producto comercial TV100 fueron trasvasados a viales totalmente abiertos fabricados de polipropileno, siendo además aplicados sobre probetas de roca. Tanto los viales como las probetas de roca (tratadas y sin tratar) se introdujeron inmediatamente después en el interior de los sistemas de control. Los productos se aplicaron sobre las probetas dosificando cinco pulverizaciones mediante spray sin presión (Figura 5.8).

Figura 5.8 Trasvase a viales y aplicación de productos sobre probetas de roca.

A partir de ese momento, el proceso sol-gel comenzó mediante la polimerización de los oligómeros de silicio de forma espontánea, tanto en el interior de los viales como en las probetas de roca. Este proceso sol-gel de los productos se completó por simple exposición durante meses a las condiciones de humedad relativa y temperatura existentes en cada sistema, hasta que las muestras alcanzaron pesos constantes, hecho indicativo de la finalización de la etapa de secado (Figura 5.9).

Figura 5.9 Muestras expuestas en diferentes sistemas de control.

5.3 CARACTERIZACIÓN DE NANOMATERIALES

5.3.1 TIEMPOS DE GELIFICACIÓN Y SECADO, Y EXAMEN VISUAL

El tiempo de gelificación de los productos fue determinado por visualización directa en el interior de los viales de polipropileno. Transcurridos varios meses desde el inicio de las exposiciones, se realizaron pesadas periódicas de los viales para determinar el tiempo transcurrido hasta alcanzar peso constante, hecho indicativo de la finalización del secado (tiempo de secado). Finalizada esta etapa de secado de los nanomateriales en el interior de los viales, se realizó una inspección visual de los geles con el objetivo de examinar la homogeneidad y posible fractura de éstos en las diferentes condiciones de exposición.

5.3.2 REDUCCIÓN DE VOLUMEN DE LOS GELES

Se determinaron los porcentajes de contracción que los geles sufren durante las etapas de envejecimiento y secado. Para ello, se evalúa la diferencia entre los volúmenes trasvasados al interior de los viales cilíndricos (volumen inicial) y los volúmenes de los geles monolíticos secos (volumen final). Los volúmenes finales se midieron mediante un calibre de Vernier con un error de ± 0.02 mm, y se calcularon mediante la ecuación de volumen de un cilindro:

$$V = \pi \cdot r^2 \cdot h \quad (5.1)$$

donde V es el volumen del cilindro, r es el radio a mitad de altura, y h es la altura.

5.3.3 ENSAYO DE COMPRESIÓN UNIAXIAL

Mediante esta técnica se determinaron algunas propiedades mecánicas de los geles monolíticos secos. Para este ensayo se utilizó un equipo Autograph AG-I (de SHIMADZU CORPORATION), con una celda de carga de 5 kN (Figura 5.10). Las muestras de gel fueron pulidas previamente por los extremos para conseguir superficies lo más planas posibles. Las muestras tienen una relación aproximada del doble de altura respecto al diámetro del cilindro. Los análisis se realizaron con una velocidad de 0.2 mm/min.

Figura 5.10 Equipo Autograph AG-I, de Shimadzu Corporation.

Las propiedades mecánicas determinadas mediante este ensayo son las siguientes:

1. Módulo Elástico (Módulo de Young): La región de deformación elástica de un material se caracteriza porque el grado de deformación (ϵ) es proporcional al esfuerzo (σ) o carga aplicada (Ley de Hooke):¹²

$$\sigma = E \cdot \epsilon \quad (5.2)$$

donde σ es la carga o esfuerzo ejercido; E es el módulo de Young; y ϵ es la deformación.

2. Carga Máxima: Este parámetro indica la fuerza que es capaz de soportar un material antes de romperse. En los ensayos realizados en laboratorio, la carga máxima se obtuvo observando el esfuerzo máximo que soportó cada gel.

5.3.4 FISISORCIÓN DE NITRÓGENO

La caracterización textural de los geles obtenidos en los diferentes ambientes climáticos se realizó mediante este tipo de ensayo. Los nanomateriales fueron triturados en un mortero de ágata hasta obtener un polvo con tamaño de partículas uniforme. El equipo de Fisisorción que se ha utilizado es modelo TriStar II Plus, de MICROMERITICS (Figura 5.11). Previamente a los ensayos, las muestras de gel fueron sometidas a 50 °C y alto vacío (1×10^{-5} mm Torr) durante dos horas. A partir de las isothermas de adsorción-desorción de nitrógeno a 77 K, se obtuvieron datos de volumen poroso.

Figura 5.11 Equipo de Fisisorción de Nitrógeno, modelo TriStar II Plus, de Micromeritics.

5.4 EVALUACIÓN DE TRATAMIENTOS

5.4.1 INTERACCIÓN ROCA-TRATAMIENTOS

Análogamente a la caracterización de los geles, los ensayos para evaluar la interacción roca-tratamientos se realizaron al menos, transcurridos cinco meses desde la aplicación de los productos. Igualmente, antes de dicha caracterización, las probetas de roca fueron secadas en

estufa a 60 °C durante 24 horas para eliminar la humedad y el alcohol generado como subproducto, y enfriadas en un desecador a temperatura ambiente durante dos horas.

5.4.1.1 ESTUDIO MINERALÓGICO Y TEXTURAL

A partir de muestras de roca cedidas por la CNCPC-INAH, se prepararon varias láminas delgadas. A continuación, se realizó un estudio mineralógico y textural de algunas láminas mediante un microscopio petrográfico Primotech, de ZEISS (Figura 5.12), con el que se ha trabajado en condiciones de luz transmitida. Para el registro fotográfico, el microscopio está equipado con una *tablet* iPad mini II con software Matscope.

Figura 5.12 Microscopio petrográfico Primotech, de Zeiss.

5.4.1.2 APLICACIÓN Y SECADO DE PRODUCTOS

Los productos fueron aplicados sobre una superficie de 5x2 cm de las probetas de roca, dosificando 5 pulverizaciones mediante spray sin presión (Figura 5.8). Al igual que en los viales, el proceso sol-gel se completó en las probetas de roca por simple exposición a las condiciones

de humedad relativa y temperatura existentes en cada situación climática, hasta que las probetas alcanzaron pesos constantes.

Transcurridos varios meses se realizaron controles de pérdida de peso cada 24 horas hasta alcanzar pesos constantes (m_c). La cantidad de producto final (% p/p) se calcula según la Ecuación 5.3:

$$\text{Producto final (\% p/p)} = \frac{m_c - m_0}{m_0} \cdot 100 \quad (5.3)$$

donde m_c es el peso de las probetas de roca una vez finalizada la etapa de secado (peso constante); y m_0 es el peso de las probetas de roca antes de cada tratamiento.

Este parámetro se utiliza para estimar la cantidad de producto que permanece en la probeta de roca, una vez que han concluido los procesos de polimerización y posterior envejecimiento y secado de los geles.

5.4.1.3 MICROSCOPIA ESTEREOSCÓPICA

Los análisis mediante Microscopía Estereoscópica se hicieron para estimar cómo los tratamientos se integran en el sustrato pétreo, en función de las condiciones de exposición. Además, esta microscopía se utilizó con el fin de observar el aspecto macroscópico de la roca sin tratar. Las imágenes fueron capturadas mediante un Microscopio Digital MiScope® de ZARBECO, LLC (Figura 5.13). Los análisis se realizaron mediante luz blanca rasante para facilitar la observación textural y topográfica de las superficies de roca. Todas las imágenes fueron tomadas con una magnificación de 140x.

Figura 5.13 Microscopio Digital MiScope, de Zarbeco LLC.

5.4.1.4 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Esta técnica ha sido utilizada para caracterizar las superficies de roca sin tratar y para evaluar el efecto de los diferentes tratamientos en función de las situaciones de exposición. En el caso de la roca sin tratar, la Microscopía Electrónica de Barrido permite conocer la distribución espacial de los componentes presentes, tales como poros, fracturas, rellenos, agregados de grano, y principalmente, la morfología de los minerales presentes. Por otra parte, la visualización de las superficies tratadas nos permite evaluar el grado de penetración de los productos y las distribuciones de éstos sobre las superficies pétreas. Para ello, se examinan las características morfológicas propias de los geles y de los sistemas productos superficies de grano. Se debe comprobar que los productos penetran adecuadamente (que no forman una película aislada sobre las superficies de las probetas) y que respetan al menos parte de la porosidad del material pétreo.¹⁵

El equipo utilizado para este análisis fue un Microscopio Electrónico de Barrido modelo TM3030Plus (HITACHI) (Figura 5.14), equipado con múltiples detectores (SEI, BEI, EDS, etc.), y con una resolución de 1.2 nm. Las imágenes capturadas mediante este ensayo se obtuvieron mediante un detector de electrones retrodispersos con un voltaje de 5 kV. Se adquirieron imágenes a 250, 500 y 1000x de superficies de roca sin tratar; mientras que las superficies tratadas fueron caracterizadas a partir de imágenes obtenidas a 500, 1500 y 5000x.

Figura 5.14 Microscopio Electrónico de Barrido modelo TM3030Plus de Hitachi.

5.4.1.5 POSIBLES CAMBIOS CROMÁTICOS

Un tratamiento no debe modificar el aspecto superficial de la roca, por lo que se han realizado evaluaciones superficiales de colorimetría. La escala de color utilizada ha sido CIE $L^*a^*b^*$, por lo que las medidas de color son expresadas mediante valores de coordenadas cromáticas L^* (luminosidad), a^* (rojo-verde) y b^* (azul-amarillo), que definen un espacio rectangular, y permiten determinar la diferencia de color total mediante el vector ΔE^* , que se define mediante la siguiente ecuación:¹⁶

$$\Delta E^* = \sqrt{\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2}} \quad (5.4)$$

Los cambios cromáticos provocados por los tratamientos fueron evaluados tomando como referencia los valores de las coordenadas cromáticas de las superficies de las probetas sin tratar, expuestas en los correspondientes sistemas de control. Para dicha cuantificación, se utilizaron las diferencias de color obtenidas en coordenadas rectangulares (ΔL^* , Δa^* , Δb^*) y el vector definido por ellas, ΔE^* . Para facilitar las mediciones de color, las superficies de las probetas fueron divididas en tres zonas de análisis (Figura 5.15).

Figura 5.15 Zonas de análisis en probeta de roca.

El equipo utilizado para realizar las medidas de estos parámetros cromáticos fue un Colorímetro Espectrofotómetro modelo esfera, de COLORFLEX (Figura 5.16). Las condiciones de análisis fueron las siguientes:

- Iluminante D_{65} .
- Luz reflejada en todo el espectro visible.
- Observador: Patrón 1964 CIE 10° .

Figura 5.16 Colorímetro Espectrofotómetro modelo esfera ColorFlex.

5.4.2 EFICACIA CONSOLIDANTE

Un tratamiento con propiedad consolidante busca que el producto penetre en los poros del material pétreo, logrando mejorar sus características mecánicas mediante la unión entre los granos que han quedado sueltos.

En el presente trabajo, la eficacia consolidante se ha evaluado mediante la determinación de la dureza superficial de las probetas de roca, utilizando para ello un durómetro portátil Equotip® 550 con una sonda equotip Leeb impact Device D, de PROCEQ (Figura 5.17).

Figura 5.17 Durómetro portátil Equotip® 550, de Proceq

Los datos pertenecientes a la muestra ingresados al equipo de medición fueron:

- Superficie plana.
- Grosor de 2 mm y más.
- Forma compacta.
- La masa menor a 300 g.
- Coeficiente de rugosidad 4.750 μm .

Este método de medida se basa en el lanzamiento de un cuerpo de impacto impulsado por un resorte contra la superficie de prueba. Las velocidades de impacto (V_I) y de retroceso (V_R) son cuantificadas y procesadas para convertirlas en valores de dureza L (escala Leeb) según la Ecuación 5.5:

$$L = \frac{V_R}{V_I} \cdot 1000 \quad (5.5)$$

Los valores de dureza L pueden ser convertibles automáticamente en unidades de otros tipos de dureza convencionales como dureza Rockwell, Brinell, Vickers, etc. El valor Leeb de

dureza superficial se encuentra normalizado por la agencia norteamericana de normalización ASTM.¹⁷

5.4.3 EFICACIA HIDROFUGANTE

Como se comentó en el Capítulo 1, la aplicación de productos con propiedades hidrofugantes busca impedir (o al menos disminuir) la entrada de agua líquida en la roca, permitiendo el intercambio de vapor de agua con el ambiente. En este estudio, la eficacia hidrofugante de los tratamientos se ha evaluado mediante la realización de dos tipos de ensayos: (1) Tiempo de permanencia de microgotas de agua; y (2) Medida de ángulos de contacto de microgotas de agua.

5.4.3.1 TIEMPO DE PERMANENCIA DE MICROGOTAS DE AGUA

Este ensayo se realizó sobre superficies de roca tratadas y sin tratar en el interior de cada sistema de control. Para ello, cada superficie se dividió en tres zonas (Figura 5.15), y el volumen de las microgotas de agua depositadas sobre las superficies fue de 500 μL . Este tipo de análisis requiere ciertas precauciones en determinadas condiciones de exposición, ya que fenómenos como la evaporación o condensación de agua pueden afectar al tiempo de permanencia. Desde el momento de depósito de las microgotas se registró el tiempo transcurrido hasta su desaparición, aceptando como tiempo máximo 30 minutos. Este tiempo límite se relaciona con la eficacia hidrofugante de los tratamientos en vertical, ya que en estas situaciones, una gota de agua sigue una trayectoria descendente a lo largo del sustrato pétreo.

La capacidad de absorción de agua que tienen las rocas depende principalmente de varias propiedades físicas superficiales (especialmente, su porosidad). Por tanto, este tipo de ensayo permite, además de estimar la eficacia hidrofugante de los tratamientos, inferir cambios en la porosidad superficial de la roca en función del tipo de incorporación generado.¹⁸

5.4.3.2 ÁNGULOS DE CONTACTO DE MICROGOTAS DE AGUA

La eficacia hidrofugante de los tratamientos se determinó mediante la medición de ángulos de contacto –tanto estático como dinámico– de microgotas de agua sobre las superficies de roca.

En primer lugar, se determinaron los ángulos de contacto estático de microgotas de agua sobre todas las superficies de roca. Este tipo de análisis aporta información sobre la capacidad de penetración del agua (hidrofobicidad). Por último, se midieron los ángulos de contacto dinámico de microgotas de agua sobre las superficies de roca tratadas con el producto T-10P2o. Este análisis aporta información acerca de la hidrofobicidad y además, de la repelencia al agua (adhesión del agua a la superficie); y se basa en la medición de los ángulos de avance (θ_A) y de retroceso (θ_R) de microgotas de agua. Sólo superficies con ángulos de retroceso superiores a 90° se consideran hidrófobas.¹⁹ Cuanto menor es el valor de histéresis del ángulo de contacto, más repelente al agua será la superficie evaluada.

Figura 5.18 Equipo OCA 15 plus, de Dataphysics Instruments.

Todos los análisis realizados para la medición de ángulos de contacto se hicieron sobre tres zonas de la superficie pétreas (Figura 5.15), mediante un sistema de videgrabación y el software SCA 22 del equipo OCA 15 plus de DATAPHYSICS INSTRUMENTS (Figura 5.18). Para ello, se utilizó el método *Tangent Leaning* añadiendo 5 μL de agua destilada con una jeringa automatizada Hamilton de 50 μL DS 500/GT. Para la determinación de los ángulos de contacto dinámico, las condiciones de trabajo fueron las siguientes: (1) Volumen añadido/extraído de agua de 2.5 μL ; (2) Velocidad de 0.1 $\mu\text{L/s}$; y (3) Tiempo de transición entre ciclos de 1 segundo. En este ensayo, cuando se incrementa el volumen de la microgota añadiendo líquido, la interfase avanza en la superficie y el ángulo de contacto aumenta; y en el caso contrario, al succionar líquido de la microgota, la interfase retrocede en la superficie y el ángulo de contacto disminuye. Las mediciones de los ángulos de avance y retroceso se determinaron como los máximos y mínimos cuando la línea de contacto con la superficie avanza y retrocede a lo largo de tres ciclos. La diferencia entre el ángulo de avance y el ángulo de retroceso es la histéresis del ángulo de contacto.

Bibliografía

- (1) García, E. *Modificaciones al Sistema de Clasificación Climática de Köppen*, Ed. Instituto de Geografía-UNAM. D.F. (México), 2004.
- (2) Castañeda, G.; Argüello, T.; Vecchia, F. Desempeño Térmico de Techo Alternativo para Vivienda en Tuxtla Gutiérrez, Chiapas, México. *Rev. la Constr.* **2010**, *9* (1), 81–88.
- (3) CONAGUA, S. M. N. Resúmenes mensuales de temperatura y lluvia <http://smn.cna.gob.mx/es/climatologia/temperaturas-y-lluvias/resumenes-mensuales-de-temperaturas-y-lluvias> (Consultada el 13 de Mayo, 2017).
- (4) Banzi, M. *Getting Started with Arduino*, Ed. O'Reilly: Los Angeles (USA), 2011.
- (5) Arduino (R). Arduino <https://www.arduino.cc/> (Consultada el 13 de Mayo, 2017).
- (6) Goins, E. S. Alkoxysilane Stone Consolidants: The Effect of the Stone Substrate on the Polymerization Process, University Collage London, 1995.
- (7) Illescas, J. F.; Mosquera, M. J. Producing Surfactant-Synthesized Nanomaterials In Situ on a Building Substrate, Without Volatile Organic Compounds. *ACS Appl. Mater. Interfaces* **2012**, *4*, 4259–4269.
- (8) Mosquera Díaz, M. J.; Illescas Salinas, J. F.; Facio Silva, D. S. Producto para Protección y Restauración de Rocas y Otros Materiales de Construcción. P201200152, 2012.
- (9) Ariadna, N.; Lima, E.; Bosch, P.; Méndez-vivar, J. Consolidating Materials for the Volcanic Tuff in Western Mexico. *J. Cult. Herit.* **2014**, *15* (4), 352–358.
- (10) Mirgorodskaya, A. B.; Kudryavtseva, L. a.; Zuev, Y. F.; Archipov, V. P.; Idiyatullin, Z. S.

Catalysis of the Hydrolysis of Phosphorus Acids Esters by the Mixed Micelles of Long-Chain Amines and Cetylpyridinium Bromide. *Mendeleev Commun.* **1999**, 9 (5), 196–198.

- (11) Castellanos, N. A. P. Conservación del Patrimonio Pétro: Evaluación de La Toba Volcánica Del Occidente de México, Universidad Nacional Autónoma de México, 2012.
- (12) Callister, W. D.; Rethwisch, D. G. *Materials Science and Engineering an Introduction*, Ed. Wiley. New York (USA), 2010.
- (13) Emmett, P. H.; Braunauer, S.; Teller, E. Adsorption of Gases in Multimolecular Layers. *J. Am. Chem. Soc.* **1936**, 60, 309–319.
- (14) Barrett, E. P.; Joyner, L. G.; Halenda, P. P. The Determination of Pore Volume and Area Distributions in Porus Substances. *J. Am. Chem. Soc.* **1951**, 73, 373–380.
- (15) López, M. J. *Metodología de Diagnóstico Y Evaluación de Tratamientos Para La Consevación de Los Edificios Históricos*, Ed. Comares. Granada (España), 2003; pp 112–119.
- (16) Brainard, D. H. *The Science of Color*, Ed. Optical Society of America. California (USA), 2003.
- (17) American Society For Testing and Materials. *ASTM 956 – 06*; USA, 2006; pp 1–12.
- (18) Teutonico, J. M. *A Laboratory Manual for Architectural Conservators*, Ed. ICCROM. Roma (Italia), 1988; pp 41-43.
- (19) Della Volpe, C.; Penati, A.; Peruzzi, R.; Siboni, S.; Toniolo, L.; Colombo, C. The Combined Effect of Roughness and Heterogeneity on Contact Angles: The Case of Polymer Coating for Stone Protection. *J. Adhes. Sci. Technol.* **2000**, 14 (2), 273–299.

Capítulo 6 RESULTADOS

6.1 CARACTERIZACIÓN DE NANOMATERIALES

6.2 INTERACCIÓN ROCA-TRATAMIENTOS

6.3 EFICACIA CONSOLIDANTE

6.4 EFICACIA HIDROFUGANTE

Los resultados de este trabajo de investigación se exponen generalmente en forma de tablas de valores promedio y mediante imágenes. En el primer caso, los valores determinados se muestran en su conjunto, es decir, los valores correspondientes a alguna propiedad son presentados para todos los productos en todas las situaciones de exposición. En el caso de las imágenes, éstas aparecen agrupadas por producto, con el propósito de facilitar la comparativa visual entre los diferentes ambientes climáticos. Antes de presentar tales resultados, se muestra de nuevo una tabla donde se recuerdan las diferentes condiciones de humedad relativa y temperatura de las cinco situaciones climáticas. La clasificación climática de Köppen ha sido la utilizada para asignar la nomenclatura a los sistemas de control.

Tabla 6.1 Condiciones de humedad relativa y temperatura en los sistemas de control.

Clasificación climática	Sistema	Temperatura (°C)	Humedad relativa (% HR)
Tropical subhúmedo	Aw'	60	50
Tropical subhúmedo	Aw	40	
Templado subhúmedo	Cw₁	20	
Semiseco	BS		25
Templado húmedo	Cw₂		90

6.1 CARACTERIZACIÓN DE NANOMATERIALES

Los cuatro soles sintetizados en laboratorio y el producto comercial TV100 fueron trasvasados a viales cilíndricos totalmente abiertos —donde el área de contacto sol-ambiente es 1.5 cm^2 — e introducidos en el interior de los sistemas de control. Esta área de contacto influye en la velocidad de polimerización de todos los productos. Además, la forma de estos viales dificulta la expulsión del líquido de los poros de la red al exterior, por problemas de difusión. Por tanto, las condiciones de frontera existentes en los viales de este estudio exigen tener precauciones al realizar comparativas con los resultados obtenidos por otros autores. Sin embargo, en todos los ambientes climáticos, la polimerización de los oligómeros de silicio se produjo de forma espontánea, requisito imprescindible ya que la transición sol-gel debe ocurrir espontáneamente en los poros de la roca. El proceso sol-gel de casi todos los productos se completó en cinco meses —tanto en el interior de los viales como en las probetas de roca— por simple exposición en las condiciones de humedad relativa y temperatura existentes en cada sistema, hasta alcanzar pesos constantes.

El primer objetivo de este trabajo consistió en registrar los tiempos de gelificación (Tabla 6.2) y de secado (Tabla 6.3), así como en examinar la homogeneidad y la posible fractura de los geles obtenidos una vez concluida la etapa de secado en las diferentes situaciones de exposición (Tabla 6.4). El tiempo de gelificación de los productos T inorgánicos experimentó una reducción al aumentar el contenido en disolución acuosa de n-octilamina en el sol de partida. Es decir, en todas las situaciones climáticas, los tiempos de gelificación del producto T-4o son inferiores a los del producto T-2o. Este fenómeno demuestra que el efecto catalítico desempeñado por el tensoactivo en este tipo de productos se mantiene independientemente de las situaciones de exposición. En un trabajo publicado en 2010¹ se explica cómo la n-octilamina provoca un aumento del pH, que incrementa la velocidad de hidrólisis, ya que, en condiciones básicas, el agua se disocia produciendo aniones hidroxilo nucleofílicos que desplazan a los grupos etoxi del TEOS. Además, la adición de n-octilamina puede acelerar la condensación de grupos Si-OH.

Tabla 6.2 Tiempos de gelificación (días) de los productos.

	T-2o	T-4o	T-10P2o	TS3	TV100
Aw'	2.0±0.2	1.0±0.1	2.0±0.2	1.0±0.2	1.0±0.1
Aw	4.0±0.2	1.0±0.1	2.0±0.3	1.0±0.1	2.0±0.2
Cw₁	10.0±0.3	2.0±0.3	2.0±0.2	8.0±0.2	4.0±0.2
BS	38.0±3.0	3.0±0.2	8.0±0.3	11.0±0.5	4.0±0.3
Cw₂	8.0±0.4	2.0±0.2	2.0±0.2	6.0±0.3	3.0±0.1

Todos los productos del presente estudio ven reducido su tiempo de gelificación en condiciones de alta temperatura, lo que confirma que un aumento en este parámetro ambiental favorece el incremento en la velocidad de las reacciones de hidrólisis y condensación.² Este efecto es muy significativo en los productos T-2o y TS3, mientras que los productos que se ven menos afectados son el T-4o y el TV100, ya que éstos presentan valores de tiempo de gelificación relativamente bajos incluso en condiciones de baja temperatura (20 °C).

Además, como era de esperar, los tiempos de gelificación de todos los productos aumentan en el sistema de baja humedad relativa (clima semiseco), ya que las velocidades de hidrólisis y condensación –reacciones que se producen simultáneamente– son menores que en condiciones de mayor humedad. El vapor de agua ambiental participa como reactivo limitante en la reacción de hidrólisis, por lo que en estas condiciones de baja humedad relativa –donde la relación estequiométrica agua:alcoxisilano es baja– hay una producción más lenta de grupos Si-OH. Es por este motivo que la condensación de estos grupos también es más lenta, y por tanto, igualmente la gelificación. No obstante, el bajo contenido en moléculas de agua presente en este clima semiseco es suficiente para que la hidrólisis de los oligómeros de alcoxisilanos ocurra espontáneamente. Este retraso en el tiempo de gelificación en condiciones de baja humedad relativa es especialmente importante para el caso del producto T-2o (producto T con menor

contenido en disolución acuosa de n-octilamina). Los productos T-2o y TS3 muestran una tendencia clara en la que los tiempos de gelificación aumentan progresivamente al disminuir la humedad relativa ambiental.

En el producto T híbrido orgánico-inorgánico (T-10P2o), el tiempo de gelificación se reduce respecto al producto T inorgánico con igual contenido en disolución acuosa de n-octilamina (T-2o), debido a la presencia de mayor proporción de grupos terminales Si-OH que aceleran la reacción de condensación. Sin embargo, este efecto no es significativo en condiciones de alta temperatura (clima tropical subhúmedo Aw'), ya que como se ha comentado anteriormente, en estas condiciones el incremento en la velocidad de polimerización es notable en el producto T-2o.

Tabla 6.3 Tiempos de secado (meses) de los geles.

	T-2o	T-4o	T-10P2o	TS3	TV100
Aw'	3.0±0.4	3.0±0.6	3.0±0.3	3.0±0.3	3.0±0.3
Aw	H	3.0±0.4	3.0±0.1	3.0±0.2	3.0±0.3
Cw₁	H	3.0±0.3	3.0±0.2	3.0±0.3	3.0±0.4
BS	H	H	H	4.0±0.2	4.0±0.4
Cw₂	H	3.0±0.3	3.0±0.3	3.0±0.2	3.0±0.2

En cuanto al secado de todos los geles, en primer lugar destaca el hecho de que en condiciones de baja humedad relativa (clima semiseco), se requiere más tiempo que en condiciones con mayor humedad. Bajo esta situación climática, el secado de los geles obtenidos a partir de los productos TS3 y TV100 necesita un mes más que en condiciones de mayor humedad relativa, y los geles obtenidos a partir de los productos T no llegan a secarse completamente transcurridos cinco meses. La principal causa de este mayor tiempo de secado requerido en condiciones de baja humedad relativa es la propia disminución que sufren las

velocidades de hidrólisis y condensación, es decir, un mayor tiempo de polimerización conduce a un mayor tiempo de secado. En estas condiciones de baja humedad relativa, las reacciones de hidrólisis y condensación necesitan más tiempo para ser completadas, lo que provoca un aumento en el tiempo de secado. En definitiva, esta disminución generalizada en la velocidad de difusión líquida hacia el exterior de la red polimérica se debe a que hay líquido presente durante más tiempo en el interior (incluido el líquido generado como subproducto de la condensación de grupos Si-OH).

Se observa que en estas condiciones de baja humedad relativa, los productos T requieren mayor tiempo de secado que los productos TS3 y TV100. A diferencia de las formulaciones T, los productos TS3 y TV100 no contienen disolución acuosa como componente, lo que contribuye a su menor tiempo de secado en el clima semiseco. No obstante, este menor tiempo de secado puede deberse principalmente a la acción de los catalizadores y al pH de reacción de los nanomateriales. Los productos TS3 y TV100 presentan un pH ligeramente más ácido que los productos T, lo que promueve una mayor hidrólisis de los grupos etoxi del TEOS, y por tanto, una reacción de hidrólisis más completa en menor tiempo. En el caso del producto TS3, la formación de ácido láurico a partir de la hidrólisis del catalizador DLS (Ecuación 2.4), favorece la reacción de hidrólisis de los grupos etoxi.³ Además, la formación *in situ* de un compuesto de estaño hidroxilado, promueve las reacciones de condensación (Ecuación 2.10), induciendo la formación de siloxanos por medio de un compuesto intermediario de estaño-siloxano (Sn-O-Si).⁴

Por otra parte, transcurridos cinco meses desde la síntesis, el gel obtenido a partir del producto con menor contenido en disolución acuosa de n-octilamina (T-2o) únicamente se secó en condiciones de alta temperatura, ya que la velocidad de polimerización se ve favorecida en estas condiciones.

A continuación se presenta información correspondiente al estado de los geles una vez concluida la etapa de secado en las diferentes situaciones de exposición.

Tabla 6.4 Estado de los geles.

	T-2o	T-4o	T-10P2o	TS3	TV100
Aw'	MT	SF	FT	FT	FT
Aw	H	SF	MT	SF	FT
Cw₁	H	SF	MT	MT	FT
BS	H	H	H	FT	FT
Cw₂	H	SF	SF	MT	FT

M = monolítico; F = fracturado; T = transparente ; S = separación de fases; H = húmedo.

Una limitación del uso de productos basados en alcoxisilanos para restauración de roca es que éstos pueden tener grados variables de eficacia debido a la generación de geles no homogéneos. Como consecuencia de la baja solubilidad de los precursores poliméricos (TES40 y TEOS) en agua, la humedad relativa existente en el ambiente es un factor clave para la homogeneidad de los nanomateriales obtenidos. La relación molar agua:precursor polimérico debe ser inferior a un valor crítico para evitar que se produzca separación de fases. En el caso de los productos T, una relación molar superior a ese valor límite promueve una separación de fases agua/n-octilamina y oligómeros de silicio, por lo que la n-octilamina apenas interactúa con los oligómeros, y por tanto, no desempeña su papel reduciendo la presión capilar del gel durante su etapa de secado. Es decir, la producción de mesoporosidad creada por el tensioactivo es significativamente baja, lo que contribuye a que esta separación de fases vaya acompañada de la fractura de los geles.⁵ En el caso de los productos TS3 y TV100, esta relación molar superior a un valor crítico fomenta una separación de fases catalizador y oligómeros de silicio.

Otra posible limitación de este tipo de nanomateriales para restauración de roca es que éstos se pueden fracturar durante la etapa de secado; y tal fracturación puede conducir a una reducción en la eficacia de los tratamientos. Como se comentó en el Capítulo 2, esta fractura se puede

deber a la elevada presión capilar que soporta el gel durante dicha etapa. Según la ecuación de Young-Laplace (para poros cilíndricos), dicho valor elevado de presión capilar está promovido por un bajo valor de tamaño de poro y/o por un elevado valor de tensión superficial líquido-vapor.

En la Tabla 6.4 y en las Figuras 6.1-6.5 se muestra información referente al estado o aspecto macroscópico de los geles obtenidos en las diferentes situaciones de exposición. En términos generales destacan dos fenómenos observables a simple vista: (1) La separación de fases afecta principalmente al producto T-4o; y (2) Más de la mitad de los productos generan geles que acaban fracturándose durante la etapa de secado. De acuerdo con las inspecciones realizadas, la temperatura es el parámetro que contribuye en mayor medida a la fractura de los geles. En concreto, condiciones de alta temperatura favorecen una mayor contracción de los nanomateriales (Tabla 6.5), como consecuencia de la alta evaporación de alcohol y agua después de la gelificación. Esta reducción de volumen de los geles contribuye a que los poros de los nanomateriales sean más pequeños. Es decir, una alta temperatura puede fomentar que el gel soporte una elevada presión capilar durante la etapa de secado, lo que promueve su fractura.

A continuación, se muestran varias Figuras que incluyen fotografías donde se observa el aspecto macroscópico de los geles una vez concluida la etapa de secado para cada situación climática.

Figura 6.1 Aspecto macroscópico de los geles obtenidos a partir del producto T-2o.

El producto T-2o tiene una baja relación molar agua:TES40 por lo que no sufre separación de fases en ninguno de los ambientes de exposición. No obstante, como ya se ha comentado, el gel obtenido a partir de este producto únicamente se secó en condiciones de alta temperatura. Dicho gel seco, a pesar de haber sufrido una importante contracción como consecuencia de su exposición a esta alta temperatura (Tabla 6.5), no acaba fracturándose porque es un material mesoporoso (Figura 6.6) en el que no se promueve una presión capilar lo suficientemente alta como para provocar dicha fractura. La *n*-octilamina ha interactuado eficazmente con los oligómeros de silicio en este clima tropical subhúmedo Aw' , generando una distribución porosa uniforme que favorece la no fractura del gel (Anexo B). No obstante, en este caso, el gel ha perdido cierta transparencia como se puede apreciar en la Figura 6.1, mientras que en el resto de ambientes de exposición, el gel permanece homogéneo, transparente y húmedo. El gel obtenido en condiciones de baja humedad relativa (clima semiseco) se encontraba tan húmedo que no fue posible extraerlo de los viales para la captura de la fotografía.

Figura 6.2 Aspecto macroscópico de los geles obtenidos a partir del producto T-40.

El producto T-40 tiene una mayor relación molar agua:TES40, lo que favorece que se produzca separación de fases como consecuencia de la baja solubilidad del TES40 en agua. Esta separación de fases junto con la fractura del gel, se produce en situaciones de climas tropicales subhúmedos, templado subhúmedo y templado húmedo. La alta humedad relativa existente en el clima templado húmedo (90% HR) hace más intensa la separación de fases de este producto al hacer aún menos soluble al precursor polimérico, lo que provoca que el gel obtenido sea prácticamente blanco en su totalidad. El gel obtenido en condiciones de baja humedad relativa (clima semiseco) es el único que permanece monolítico y homogéneo (aunque húmedo), lo que confirma que la humedad ambiental condiciona la solubilidad del TES40 en agua. Es decir, esta condición de baja humedad relativa favorece la solubilidad de ambos componentes, y por tanto, la homogeneidad del gel generado.

Figura 6.3 Aspecto macroscópico de los geles obtenidos a partir del producto T-10P2o.

El producto T-10P2o tiene una relación molar agua:TES40 que no debería provocar separación de fases. Sin embargo, el gel sufre tal separación (y fractura asociada) únicamente en condiciones de alta humedad relativa (clima templado húmedo). Este fenómeno confirma que la humedad ambiental afecta a la solubilidad del TES40 en agua, tratándose en este caso de un gel seco. Por otra parte, este nanomaterial también se fractura debido al efecto de la temperatura antes comentado (clima tropical subhúmedo Aw'). La mayor contracción del gel al aumentar la temperatura (clima tropical subhúmedo Aw vs. clima templado subhúmedo), favorece la generación de microporosidad en el nanomaterial (Figura 6.8). Esta microporosidad promueve que el gel soporte una elevada presión capilar durante la etapa de secado, y acabe fracturándose en el clima tropical subhúmedo Aw' . Además, en estas condiciones de alta temperatura, la evaporación de alcohol y agua es elevada, lo que también colabora en su fractura. Sin embargo, el mismo nanomaterial T-10P2o pero expuesto en un clima tropical subhúmedo Aw , es un gel que no fractura gracias a que la presión capilar que soporta durante el secado no es excesivamente alta (a pesar de su bajo volumen poroso). Este fenómeno se debe a que el gel presenta una distribución porosa uniforme centrada en 4.0 nm aproximadamente, lo que confirma el papel

desempeñado por la n-octilamina, actuando como plantilla de estos poros (Anexo B). En el resto de situaciones de exposición, este gel T-10P2o permanece monolítico, homogéneo y transparente (aunque húmedo en el clima semiseco).

Figura 6.4 Aspecto macroscópico de los geles obtenidos a partir del producto TS3.

A diferencia de las formulaciones T, el producto TS3 no contiene disolución acuosa como componente, por lo que la humedad ambiental afecta en menor grado a la solubilidad de su precursor polimérico (TEOS) en agua. De hecho, este gel no sufre separación de fases en condiciones de alta humedad relativa (clima templado húmedo), permaneciendo además monolítico y transparente. Bajo estas condiciones, este producto TS3 genera geles libres de fractura cuando es expuesto en climas con humedades relativas superiores al 50 % (climas Cw_1 y Cw_2). Este fenómeno demuestra que la fractura del material no es únicamente causada por una alta temperatura como en la mayoría de los casos, sino que además, depende de la humedad ambiental. Es decir, se ha observado que en condiciones de baja temperatura, el gel TS3 únicamente se fractura en condiciones de baja humedad relativa (clima semiseco), como consecuencia de la elevada reducción de volumen. No obstante, la temperatura afecta en mayor

medida a la fractura del gel, promovida por la más importante contracción que experimenta en condiciones de alta temperatura. El gel TS3 obtenido en el clima tropical subhúmedo Aw presenta separación de fases, lo que ha contribuido a su fractura.

Figura 6.5 Aspecto macroscópico de los geles obtenidos a partir del producto TV100.

Al igual que el TS3, el producto TV100 tampoco contiene disolución acuosa como componente, por lo que la solubilidad de su precursor polimérico (TEOS) en agua se ve afectada en menor grado por la humedad ambiental. De hecho, el catalizador (DOTL) y los oligómeros de silicio interactúan eficientemente en todos los ambientes climáticos, generando geles homogéneos. Sin embargo, el gel TV100 se fractura en todas las situaciones de exposición como consecuencia del bajo volumen poroso (Tabla 6.9) y/o la microporosidad del nanomaterial. Cuando el nanomaterial ha sido expuesto en el clima tropical subhúmedo Aw', además presenta cierto amarilleo.

A continuación se determinaron los porcentajes de reducción de volumen de los geles ocurrida durante las etapas de envejecimiento y secado. Las medidas se efectuaron sobre los nanomateriales secos que se mantienen monolíticos. Debido al reducido número de situaciones

climáticas en las que los geles cumplen con estos requisitos, además se calculó la contracción de los geles húmedos, con el propósito de disponer de posible información adicional. No obstante, no se pudo realizar la medida en el caso del gel T-2o obtenido en el clima semiseco, ya que, como se ha comentado, se encontraba tan húmedo que no fue posible extraerlo de los viales.

Tabla 6.5 Reducción de volumen (%) de los geles.

	T-2o	T-4o	T-10P2o	TS3	TV100
Aw'	58.0±4.3	SF	FT	FT	FT
Aw	*17.0±3.2	SF	48.0±4.9	SF	FT
Cw₁	*13.0±1.4	SF	27.0±3.5	86.0±3.9	FT
BS	H	*36.0±3.1	*26.0±2.6	FT	FT
Cw₂	*13.0±2.8	SF	SF	80.0±3.7	FT

F = fracturado; T = transparente ; S = separación de fases; H = húmedo; * valor determinado aunque el gel no se encuentra totalmente seco.

Los resultados de reducción de volumen del presente estudio (Tabla 6.5) sólo permiten obtener información directa sobre cómo se comporta el nanomaterial T-10P2o cuando varía la temperatura ambiental, y sobre cómo la humedad relativa afecta al grado de contracción del gel que se obtiene a partir del producto TS3. En el caso del material híbrido orgánico-inorgánico T-10P2o expuesto en condiciones de 50% HR, se aprecia cómo la contracción es considerablemente mayor al aumentar la temperatura ambiental (clima tropical subhúmedo Aw vs. clima templado subhúmedo). En el caso del gel TS3 expuesto en condiciones de 20 °C, se aprecia que la reducción de volumen es levemente mayor al disminuir la humedad relativa (clima templado subhúmedo vs. clima templado húmedo). Estos resultados confirman que la temperatura es el parámetro que afecta en mayor medida a la contracción de los geles. Es decir, como ya se ha comentado, condiciones de alta temperatura favorecen una mayor reducción de volumen de los geles como consecuencia de la mayor evaporación de alcohol y agua después de

que ocurra la gelificación, lo que promueve que se fracturen. En condiciones de alta temperatura (clima tropical subhúmedo Aw') acaban fracturándose todos los geles excepto el T-2o.

En un trabajo publicado sobre el desarrollo de los nanomateriales T₆ se explica la mayor contracción experimentada por el gel híbrido orgánico-inorgánico T-10P2o frente a la sufrida por los geles T inorgánicos, como consecuencia de la elevada elasticidad de las cadenas de PDMS (componente orgánico) que se contraen debido a la presión capilar soportada durante la etapa de secado. Es decir, bajo condiciones iguales de humedad relativa y temperatura, la contracción es mayor en el gel que contiene PDMS, ya que este componente orgánico incrementa la elasticidad del gel, permitiendo una mayor deformación del nanomaterial. Sin embargo, en la Tabla 6.5 destacan los elevados valores de contracción de los geles obtenidos a partir del producto TS3 (superiores al 80%), incluso en condiciones de baja temperatura. Cuando la temperatura ambiental es superior a 40 °C, los geles obtenidos a partir del producto TS3 se fracturan como consecuencia de una elevada reducción de volumen o de una separación de fases. Estos diferentes grados de contracción pueden deberse a los distintos valores de pH y efectos que los catalizadores (n-octilamina vs. DBTL) tienen sobre el proceso sol-gel.

Con el propósito de determinar algunas propiedades mecánicas de los geles obtenidos en los diferentes ambientes climáticos, se realizaron ensayos de Compresión Uniaxial únicamente sobre los nanomateriales secos que se mantienen monolíticos.

Tabla 6.6 Módulo elástico (MPa) de los geles.

	T-2o	T-4o	T-10P2o	TS3	TV100
Aw'	103±29	SF	FT	FT	FT
Aw	H	SF	56±10	SF	FT
Cw₁	H	SF	83±9	258±35	FT
BS	H	H	H	FT	FT

Cw ₂	H	SF	SF	415±40	FT
-----------------	---	----	----	--------	----

En la Tabla 6.6 se muestran los valores de módulo elástico (E) determinados mediante este tipo de ensayo. La comparativa entre el módulo elástico del gel T-2o determinado en el presente trabajo (103 MPa a 60 °C y 50% HR), y el determinado por Illescas (167 MPa a 20 °C y 60% HR),⁵ indica que cuanto mayor es la temperatura ambiental más elástico es este gel T inorgánico, y por tanto, mayor es su contracción.

En el caso del producto T-10P2o, los módulos elásticos determinados en el presente trabajo, indican que efectivamente, la elasticidad es directamente proporcional a la temperatura ambiental. Esto explica de nuevo la mayor reducción de volumen sufrida por este tipo de gel al ser expuesto en condiciones de mayor temperatura (clima tropical subhúmedo Aw vs. clima templado subhúmedo) (Tabla 6.5). Como ya se ha comentado anteriormente, cuando este gel es expuesto a 60 °C (clima tropical subhúmedo Aw) la acusada contracción favorece su fractura. Por otra parte, el módulo elástico del gel T-10P2o determinado por Illescas (83 MPa a 20 °C y 60% HR),⁵ demuestra la alta reproducibilidad de la elasticidad de este nanomaterial híbrido orgánico-inorgánico.

Análogamente, los resultados indican que la elasticidad del gel TS3 es inversamente proporcional a la humedad relativa. Sin embargo, el efecto que ésta tiene sobre la contracción del gel no es muy significativa, ya que valores muy diferentes de módulo elástico no implican grandes variaciones de porcentaje de reducción de volumen. A pesar de que el gel TS3 presenta valores de módulo elástico muy superiores a los de los nanomateriales T (incluso bajo las mismas condiciones del clima templado subhúmedo) (Tabla 6.5), éste sufre una reducción de volumen muy superior a la de éstos. Este hecho indica que desde un punto de vista mecánico, los nanomateriales T y el TS3 son dos tipos con significativas diferencias.

Tabla 6.7 Carga Máxima (MPa) de los geles.

	T-2o	T-4°	T-10P2o	TS3	TV100
Aw'	4.0±2.0	SF	FT	FT	FT
Aw	H	SF	6.20±1.4	SF	FT
Cw₁	H	SF	3.7±0.8	6.4±1.4	FT
BS	H	H	H	FT	FT
Cw₂	H	SF	SF	10.0±1.9	FT

En la Tabla 6.7 se muestran los valores de carga máxima que soportan los nanomateriales antes de su fractura durante los ensayos de Compresión Uniaxial. En condiciones de 60 °C y 50% HR, el gel T-2o soporta una carga máxima menor que la determinada por Illescas (6.9 MPa a 20 °C y 60% HR).⁵ Este hecho demuestra que este gel inorgánico se vuelve más frágil en condiciones de mayor temperatura ambiental.

Por otra parte, el gel T-10P2o soporta una mayor carga máxima al aumentar la temperatura ambiental, gracias a su mayor elasticidad conforme aumenta la temperatura. Además, los nanomateriales obtenidos en el presente trabajo en condiciones de 50% HR tienen un menor valor de carga máxima que el determinado por Illescas. Esto se puede deber a los pretratamientos realizados por Illescas sobre los nanomateriales. En general, en el presente trabajo se decidió no modificar las condiciones de los geles una vez concluida la exposición en los ambientes climáticos, con el objetivo de obtener una relación directa entre las propiedades de los geles y los resultados de eficacias consolidante e hidrofugante.

Por otra parte, los valores de carga máxima del gel TS3 (Tabla 6.7) demuestran que este gel inorgánico se vuelve más rígido conforme aumenta la humedad relativa ambiental. El gel TS3 sufre reducciones de volumen superiores a las sufridas por los productos T, a pesar de que sus módulos elásticos y cargas máximas son superiores a las de éstos (en el clima templado

subhúmedo). Estas características del gel TS3, pueden ser las responsables de la mayor eficacia consolidante –respecto a la demostrada por los productos T– en las probetas de roca que han sido expuestas en el clima templado subhúmedo.

A continuación, se intentó realizar una caracterización textural de todos los geles mediante experimentos de Fisisorción de Nitrógeno. Sin embargo, en algunos nanomateriales no se ha producido el fenómeno esperado de adsorción de gas durante el ensayo, lo que ha provocado que dicha caracterización haya sido parcial. Las condiciones seleccionadas del pretratamiento de muestras de gel (presión de vacío, temperatura y tiempo) fueron constantes para todos los casos, pero éstas no permitieron la completa evacuación de líquido (agua, alcohol y especies prepoliméricas) de los poros en algunas situaciones de exposición, provocando una muy baja adsorción de nitrógeno durante el ensayo. En la Tabla 6.8, a modo de resumen, se indican los once casos donde la cantidad de nitrógeno adsorbida por los geles ha sido suficiente para ser representada mediante una isoterma (S), y donde por el contrario, la cantidad de gas adsorbida por los geles, ha sido tan pequeña que no puede ser representada mediante una isoterma (NS). Los casos –señalados con asterisco en la Tabla 6.8– donde la etapa de secado no había finalizado completamente una vez transcurrido el tiempo de exposición (Tabla 6.4), son geles donde obviamente, la difusión del líquido hacia el exterior no era total antes del pretratamiento. En la mayoría de estos casos donde los poros de los nanomateriales no estaban completamente vacíos, las condiciones de pretratamiento no han permitido la difusión completa del líquido de los poros hacia el exterior. Este fenómeno ha suscitado que estos geles adsorban una muy baja cantidad de nitrógeno durante el ensayo, por lo que ésta no puede ser representada mediante una isoterma. De todos éstos, sólo se ha observado un caso en el que a pesar del estado húmedo del gel, el pretratamiento haya sido eficiente permitiendo el registro de una isoterma estándar. En concreto, esta excepción se ha observado en el gel T-2o que ha sido expuesto en el clima templado húmedo.

Este caso forma parte de una tendencia general observada en los nanomateriales T: el proceso sol-gel se ve favorecido en condiciones de alta temperatura y de alta humedad relativa. En condiciones de alta temperatura (clima tropical subhúmedo Aw'), la difusión líquida hacia el exterior de la red polimérica es acelerada, y el líquido generado como subproducto de la

condensación de grupos Si-OH permanece en el interior de la red polimérica durante menos tiempo que en otras condiciones de menor temperatura. En condiciones de alta humedad relativa (clima templado húmedo), los geles tienden a presentar una menor agregación de partículas,⁶ y por tanto, un mayor volumen poroso (que facilita la capacidad de adsorción de nitrógeno). Estos desarrollos más rápidos de la red de sílice en ambas situaciones de exposición son los que han facilitado que las condiciones del pretratamiento consigan una satisfactoria evacuación del líquido de los poros, permitiendo que las cantidades de nitrógeno adsorbidas por los geles T hayan sido suficientes para ser representadas mediante isothermas.

Las isothermas de adsorción-desorción de nitrógeno se muestran en las siguientes cinco Figuras, mientras que los valores calculados de volumen poroso se presentan en la Tabla 6.9. Los resultados de estos ensayos pueden ayudar a comprender las respuestas mecánicas ante la presión capilar soportada durante la etapa de secado, así como la fractura de los geles.

Tabla 6.8 Adsorción suficiente o no de nitrógeno de los geles.

	T-2o	T-4o	T-10P2o	TS3	TV100
Aw'	S	S	S	NS	NS
Aw	NS*	S	NS	NS	NS
Cw₁	NS*	S	NS	S	S
BS	NS*	NS*	NS*	NS	NS
Cw₂	S*	S	S	S	NS

S = nitrógeno adsorbido suficiente; NS = nitrógeno adsorbido no suficiente. * gel no seco completamente una vez transcurrido el tiempo de exposición.

A continuación se presentan los resultados obtenidos de estos ensayos en función de las propiedades de cada producto, con el objetivo de facilitar la comparativa entre las diferentes situaciones de exposición.

Figura 6.6 Isotermas de adsorción-desorción obtenidas a partir del producto T-2o.

Los geles obtenidos a partir del producto T-2o únicamente se encuentran secos en condiciones de alta temperatura (clima tropical subhúmedo Aw'). Sin embargo, en la Figura 6.6 se observa una isoterma que corresponde a un material mesoporoso (isoterma tipo IV, de acuerdo con la clasificación de la IUPAC)⁷ no sólo en esta situación de exposición. Es decir, el producto T-2o genera un gel mesoporoso en el clima tropical subhúmedo Aw' (donde la etapa de secado ha concluido), y además en el clima templado húmedo (donde supuestamente la etapa de secado no había finalizado completamente transcurrido el tiempo de exposición). En estas dos situaciones climáticas, el nanomaterial presenta una histéresis tipo H1 característica, donde las ramas tienden a ser paralelas y verticales. Este tipo de histéresis es representativa de materiales constituidos por partículas esféricas distribuidas de manera uniforme.⁸ El registro de una isoterma del gel T-2o que ha sido expuesto en condiciones del clima templado húmedo (cuyo secado no había finalizado completamente transcurrido el tiempo de exposición), ha sido posible gracias al aumento en la velocidad de hidrólisis bajo estas condiciones de alta humedad relativa, donde la etapa limitante del proceso sol-gel es la reacción de condensación. Una elevada concentración ambiental de moléculas de agua ha provocado una menor agregación de partículas de gel, lo que permite un alto volumen poroso. Además, el estado húmedo del gel puede deberse a que esta alta humedad ambiental permita que sucedan reacciones de hidrólisis reversibles

(rompiendo enlaces Si-O-Si), provocando un aumento más lento de la dureza del gel. Por otra parte, las condiciones de pretratamiento pueden haber aumentado las velocidades de condensación, lo que ayuda a los siguientes fenómenos: (1) La formación de la red polimérica; (2) El aumento de la evaporación de alcohol y agua de los poros del nanomaterial; y (3) La inhibición de las reacciones de hidrólisis reversibles.

Cuando los geles han sido expuestos en los climas templado subhúmedo y semiseco, la cantidad de nitrógeno adsorbida por éstos durante los ensayos es tan pequeña que no puede ser representada mediante una isoterma estándar. Esto es debido a que la etapa de secado no había finalizado completamente una vez transcurrido el tiempo de exposición, e incluso algunas especies prepoliméricas (oligómeros principalmente) en el líquido aún tienen que adherirse a la red. Además las condiciones del pretratamiento han sido inadecuadas. En el clima tropical subhúmedo Aw, el nanomaterial T-2o no absorbe nitrógeno a bajas presiones, aunque se detecta una pequeña histéresis a altas presiones relativas, lo cual indica la existencia de una pequeña cantidad de mesoporos en el gel. La escasa cantidad de nitrógeno adsorbida se debe de nuevo a la no finalización completa de la etapa de secado una vez transcurrido el tiempo de exposición, y a las condiciones inadecuadas del pretratamiento.

Después de consultar el trabajo publicado⁹ sobre el desarrollo y la caracterización de estos nanomateriales T, podemos afirmar que la n-octilamina sólo ha interactuado eficazmente con los oligómeros de silicio (actuando como plantilla de poros intraparticulares) en los climas tropical subhúmedo Aw' y templado húmedo. En dicho trabajo se expone la generación de dos niveles de mesoporosidad en este tipo de geles: (1) Un nivel creado por el efecto tamiz molecular de la n-octilamina, el cual genera poros intraparticulares de tamaño uniforme (en torno a 4 nm de diámetro); y (2) Un nivel de mesoporos interparticulares de tamaños mayores y heterógeneos (superiores a 5 nm). Por tanto, observando las distribuciones de tamaños de poro de los nanomateriales, podemos afirmar que sólo cuando el gel T-2o ha sido expuesto en ambas situaciones climáticas, las distribuciones de tamaños de poro presentan un rango uniforme centrado en 4 nm aproximadamente, lo que favorece la obtención de un gel sin fractura. En el caso del clima Aw', la temperatura existente en dicho ambiente climático ha favorecido la evaporación de alcohol y agua tras la gelificación, consiguiendo el secado completo del gel.

Figura 6.7 Isotermas de adsorción-desorción obtenidas a partir del producto T-4o.

Los geles obtenidos a partir del producto T-4o se encuentran secos en todos los ambientes climáticos, excepto en el clima semiseco. En la Figura 6.7 se muestran las isotermas de adsorción correspondientes a los nanomateriales T-4o expuestos en las diferentes situaciones climáticas. En dicha figura se observa que este producto genera geles que presentan una isoterma tipo IV en todos los climas, excepto en el semiseco. En tales ambientes climáticos, el nanomaterial T-4o presenta una histéresis tipo H1, característica de materiales constituidos por partículas esféricas distribuidas de manera uniforme.⁸

En la Figura 6.7 se observa que las condiciones de los climas tropical subhúmedo Aw' y templado húmedo, favorecen la formación de la red polimérica en los productos T-4o. En el primer caso, este fenómeno se debe a que la alta temperatura aumenta la velocidad de las reacciones de polimerización, y ayuda a eliminar los productos de reacción de los poros de la red polimérica. En el segundo caso, la elevada humedad relativa provoca una disminución en la agregación de las partículas del gel, aumentando por tanto el volumen de nitrógeno adsorbido. No obstante, cuando este gel ha sido expuesto en el clima semiseco, la cantidad de gas adsorbida es tan pequeña que no puede ser representada mediante una isoterma estándar. Esto se debe de nuevo, a que la etapa de secado no había finalizado completamente una vez transcurrido el

tiempo de exposición, y a que las condiciones del pretratamiento fueron inadecuadas. Por otra parte, cuando el gel T-4o es expuesto en los climas tropical subhúmedo Aw y templado subhúmedo, adsorbe cierta cantidad de nitrógeno, aunque ésta es restringida parcialmente por la menor generación de volumen mesoporoso como consecuencia de la separación de fases agua/n-octilamina y oligómeros de silicio.

La presencia de mesoporosidad en este tipo de nanomateriales, se explica, al igual que en los productos T-2o, gracias a la generación de dos niveles de mesoporosidad. Al observar las distribuciones de tamaños de poro de los nanomateriales, podemos afirmar que la n-octilamina ha interactuado eficazmente con los oligómeros de silicio en el clima templado húmedo.

Figura 6.8 Isotermas de adsorción-desorción obtenidas a partir del producto T-10P2o.

Los geles obtenidos a partir del producto T-10P2o se encuentran secos en todas las situaciones climáticas, excepto en el sistema semiseco. En la Figura 6.8 se muestran las isotermas de adsorción correspondientes a los geles T-10P2o expuestos en los diferentes ambientes climáticos. Este tipo de nanomaterial presenta una isoterma que corresponde a un material microporoso (isoterma tipo I, de acuerdo con la clasificación de la IUPAC),⁷ cuando ha sido expuesto en condiciones del clima tropical subhúmedo Aw'. Este tipo de isoterma se caracteriza por una rápida subida en la zona de bajas presiones relativas. No obstante, la isoterma presenta

además cierta histéresis a presiones relativas superiores a 0.4, lo cual indica la presencia de mesoporos en el nanomaterial generados por la n-octilamina. Por otra parte, cuando el gel T-10P2o ha sido expuesto en el clima templado húmedo el material adsorbe una menor cantidad de nitrógeno, lo cual puede deberse a la separación de fases provocada por la alta humedad relativa ambiental, provocando una menor interacción de la n-octilamina con los oligómeros de silicio. No obstante, se observa un pequeña cantidad de mesoporos en el material indicada por la rama de histéresis que presenta la isoterma, la cual se puede clasificar como tipo I de acuerdo con la IUPAC.⁷ Por otra parte, cuando el nanomaterial es expuesto en los climas tropical subhúmedo Aw y templado subhúmedo, éste adsorbe una muy baja cantidad de nitrógeno durante el ensayo, debido a que las condiciones del pretratamiento fueron inadecuadas. La etapa de secado del gel T-10P2o en el clima semiseco no había finalizado completamente una vez transcurrido el tiempo de exposición, por lo que no se registra adsorción de nitrógeno.

De acuerdo con el trabajo de investigación citado anteriormente, la mesoporosidad generada en este tipo de nanomateriales se debe exclusivamente al papel desempeñado por la n-octilamina, actuando como plantilla de estos poros. Al observar las distribuciones de tamaños de poro de los nanomateriales, podemos afirmar que esto ocurre en todos los ambientes climáticos. La porosidad asociada a espacios interparticulares está ausente en el gel T-10P2o debido a la contracción sufrida por las cadenas de PDMS durante la etapa de envejecimiento de los geles. En general, se puede observar que la temperatura ayuda a expulsar el líquido de los poros del gel al exterior, obteniendo un gel seco, así como una mayor contracción del material provocando una mayor cantidad de microporos.

Figura 6.9 Isothermas de adsorción-desorción obtenidas a partir del producto T-S3.

Los geles obtenidos a partir del producto TS3 se encuentran secos en todos los ambientes climáticos. La Figura 6.9 muestra las isothermas de adsorción correspondientes a los geles TS3 expuestos en los diferentes sistemas de control. Este tipo de nanomaterial posee una isoterma que corresponde a un material microporoso (isoterma tipo I, de acuerdo con la clasificación de la IUPAC),⁷ cuando ha sido expuesto en condiciones de los climas templado subhúmedo y templado húmedo. Este tipo de isoterma se caracteriza por una rápida subida en la zona de bajas presiones relativas. No obstante, la isoterma correspondiente al gel expuesto en el clima templado húmedo presenta además cierta histeresis a presiones relativas superiores a 0.4, lo cual indica la presencia de una pequeña cantidad de mesoporos en el nanomaterial.

La porosidad de este material se caracteriza por una menor agregación de las partículas en condiciones climáticas donde la humedad relativa es igual o superior al 50%. En tales condiciones, los geles presentan un mayor volumen poroso (facilitando la capacidad de adsorción de nitrógeno), que hace disminuir la presión capilar que el gel soporta durante la etapa de secado, lo que permite la obtención de geles sin fractura.

Figura 6.10 Isothermas de adsorción-desorción obtenidas a partir del producto TV-100.

Los geles obtenidos a partir del producto TV100 se encuentran secos en todas las situaciones climáticas. En la Figura 6.10 se muestran las isothermas de adsorción correspondientes a los geles TV100 expuestos en las diferentes situaciones climáticas, donde se observa que la cantidad de nitrógeno adsorbido es muy poca en el clima templado subhúmedo, mientras que en el resto de situaciones climáticas el gel no adsorbe nitrógeno. En el primer caso, el nanomaterial TV100 no absorbe nitrógeno a bajas presiones, aunque se detecta una pequeña histéresis a altas presiones relativas, lo cual indica la existencia de una pequeña cantidad de mesoporos en el gel. Esta escasa cantidad de nitrógeno adsorbida se debe a que este nanomaterial es microporoso y con un bajo volumen de poro. Por otra parte, cuando el gel TV100 ha sido expuesto en los demás ambientes climáticos, no adsorbe nitrógeno porque es un nanomaterial microposo, y en este caso, con un volumen de poro excesivamente bajo.

En la Tabla 6.9. se presentan los datos correspondientes al volumen poroso de todos los nanomateriales obtenidos en todas las condiciones de exposición. En determinados ambientes climáticos, algunos nanomateriales no adsorben nitrógeno durante los ensayos de Fisisorción, registrándose valores de volumen poroso muy bajos ($<0.025 \text{ cm}^3/\text{g}$). Estos bajos volúmenes porosos pueden contribuir a que los geles soporten un elevado valor de presión capilar durante

la etapa de secado, lo que favorece su fractura. En condiciones de 50% HR (climas tropicales subhúmedos y clima templado subhúmedo), los productos T inorgánicos son los que generan geles con mayor volumen poroso; y además se observa que este valor es superior al aumentar el contenido en disolución acuosa de n-octilamina. En el caso de todos los productos T, el volumen poroso aumenta conforme aumenta la temperatura. Es decir, en condiciones de 50% HR todos los geles T obtenidos presentan mayor volumen poroso al aumentar la temperatura de exposición. En cambio, los productos TS3 y TV100 presentan una tendencia contraria, ya que generan geles con menor volumen poroso conforme aumenta la temperatura. El producto TS3 genera geles con volúmenes porosos muy similares en estas tres situaciones climáticas; mientras que el producto TV100 genera geles con un bajo volumen poroso (especialmente en condiciones de alta temperatura).

Tabla 6.9 Volumen poroso (cm³/g) de los geles.

	T-2o	T-4o	T-10P2o	TS3	TV100
Aw'	0.335	0.527	0.208	0.027	0.002
Aw	0.046	0.246	0.022	0.030	0.018
Cw₁	0.013	0.118	0.010	0.035	0.048
BS	0.010	0.010	0.011	0.018	0.012
Cw₂	0.408	0.390	0.077	0.148	0.011

En cuanto a las consecuencias que la humedad relativa tiene sobre el volumen poroso, se observa que éste tiende a ser mayor conforme aumenta el valor de humedad relativa. En condiciones de 20 °C (climas templado subhúmedo, semiseco y templado húmedo) dicha tendencia se ve claramente en los productos T inorgánicos y en el producto TS3. El bajo valor de volumen poroso del TV100 expuesto en condiciones de 90% HR es una excepción a esta tendencia.

El análisis integral de todos los resultados relacionados con la caracterización de los nanomateriales, permite inducir algunos aspectos implicados en la homogeneidad y fractura de los geles durante su secado en las diferentes situaciones de exposición (Tabla 6.4). Por ejemplo, la separación de fases –fenómeno que afecta principalmente al producto T-4o– favorece la existencia de diferentes valores de tensión superficial en los poros del nanomaterial, y por tanto, de gradientes significativos de presión capilar durante la etapa de secado. La fractura de los geles asociada a esta heterogeneidad puede ser consecuencia de estos gradientes de presión. Por otra parte, muchos geles acaban fracturándose sin sufrir separación de fases. Este tipo de fractura puede ser efecto del elevado valor de presión capilar que el gel soporta durante la etapa de secado, favorecido por un bajo volumen poroso y/o la microporosidad del nanomaterial. Tales características del sistema poroso de los geles son consecuencia de una elevada reducción de volumen durante las etapas de envejecimiento y secado (especialmente en condiciones de alta temperatura). Este tipo de efecto es el que favorece la fractura del gel TV100 en todos los ambientes climáticos, así como la del nanomaterial TS3 que ha sido expuesto en el clima semiseco. No obstante, hay alguna situación especial en condiciones de alta temperatura, en las que ciertos nanomateriales se fracturan a pesar de sus valores significativos de volumen poroso y/o mesoporosidad. Éstos son los casos de los geles obtenidos a partir de los productos T-10P2o y TS3 que han sido expuestos en el clima tropical subhúmedo Aw', cuyas fracturas pueden deberse al aumento de la presión capilar durante el secado, originado por la elevada evaporación de alcohol y agua.

6.2 INTERACCIÓN ROCA-TRATAMIENTOS

6.2.1 ESTUDIO MINERALÓGICO Y TEXTURAL

La roca seleccionada para el presente estudio ha sido utilizada en algunas construcciones monumentales emblemáticas de la región central de México, tales como el Convento de las Capuchinas y el Museo de las Culturas (en Ciudad de México). El estudio mineralógico y textural de algunas láminas delgadas mediante Microscopía Óptica en condiciones de luz transmitida, ha

permitido concluir que la roca utilizada en este trabajo es una toba volcánica, es decir, se trata de ceniza volcánica consolidada. En concreto es una toba riolítica de color gris claro que está constituida fundamentalmente por abundantes minerales opacos, fragmentos de roca, matriz vítrea y fenocristales angulosos de feldespato alcalino, plagioclasa y anfíbol.ⁱⁱⁱ

Algunas características texturales de esta roca se presentan a continuación:

- Según el grado de cristalización que indica las proporciones relativas de vidrio y cristales, ésta es una roca hipohialina, ya que contiene zonas cristalizadas y zonas vítreas.
- En función del tamaño de los cristales, esta toba volcánica tiene una textura fanerocristalina, puesto que todos los cristales de los minerales principales se pueden ver a simple vista. La mayoría de los cristales tienen un diámetro inferior a 1 mm (dimensiones absolutas), por lo que se puede hablar de textura fanerocristalina de grano fino.
- En cuanto a la morfología de los cristales según el desarrollo de sus caras, la mayoría de los cristales de esta roca están parcialmente limitados por caras cristalinas (subidiomorfos), por lo que su textura es hipidiomorfa.

La Figura 6.11 muestra una imagen de una lámina delgada de este material pétreo obtenida mediante este tipo de Microscopía Óptica.

ⁱⁱⁱ Karla Xóchitl Yarza Covarrubias. Evaluación de tres consolidantes para la consolidación de piedras ígneas en condiciones de intemperismo urbano artificial. Tesis de Licenciatura (en curso) en Restauración de Bienes Muebles. Escuela de Conservación y Restauración de Occidente.

Figura 6.11 Imagen de lámina delgada que muestra la gran cantidad de minerales opacos, fenocristales angulosos y fragmentos de roca. Ha sido obtenida a 40x mediante Microscopía Óptica en condiciones de luz transmitida (Nicoles paralelos).

El estudio de varias láminas delgadas ha permitido detectar la presencia de clastos líticos de distinta naturaleza (principalmente, escoria volcánica y fragmentos de basalto). Es decir, ésta es una roca clástica compuesta por mezcla de fragmentos de rocas, de minerales y vidrio.ⁱⁱⁱ Según información cedida por el INAH, esta toba volcánica presenta cierto grado de deterioro (en concreto, en forma de pulverización) y una absorción rápida de agua. Además, ésta es una roca de porosidad intermedia (con un 19% de volumen poroso) y tiene una dureza 3 en la escala Mohs.ⁱⁱⁱ

Con el propósito de conocer la distribución espacial de algunos componentes tales como poros y agregados de grano de la roca, se obtuvieron imágenes mediante Microscopía Electrónica de Barrido. Como complemento, se ha observado el aspecto macroscópico de la superficie pétrea, tomando imágenes mediante Microscopía Estereoscópica de las superficies pétreas. (Figura 6.12). En las imágenes se aprecian los minerales opacos y fenocristales con formas variables, englobados en la matriz de ceniza vítrea.

Figura 6.12 Superficies de roca sin tratar. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Las superficies de algunos fenocristales de anfíbol presentan un aspecto algo irregular, como consecuencia de una leve disolución o corrosión. El color de la matriz dota a la roca de su color en conjunto, aunque al presentar tonos variados (rosados y grisáceos), es un aspecto que aporta poca información en cuanto a su composición mineralógica.

6.2.2 APLICACIÓN Y SECADO DE PRODUCTOS

Debido a la limitación en el número de probetas de roca disponibles, se decidió elegir una única situación climática en la que el tratamiento T-4o fuese evaluado. El clima semiseco fue el seleccionado ya que el producto T-2o en estas condiciones de baja humedad relativa, aumenta considerablemente su tiempo de gelificación. Por tanto, el producto T-4o únicamente se aplicó a probetas que fueron expuestas en condiciones de baja humedad relativa. El mayor contenido en disolución acuosa de tensoactivo en el producto T-4o favorece el efecto catalítico desempeñado por dicho tensoactivo, permitiendo que este producto gelifique mucho antes que el producto T-2o en estas condiciones de baja humedad relativa. Precisamente, estas condiciones

son las idóneas para el producto T-4o, ya que son las únicas donde genera geles que permanecen monolíticos y homogéneos (aunque húmedos).

Transcurridos cinco meses desde la aplicación de todos los productos mediante spray sin presión, la evaluación de diferentes propiedades se realizó una vez que las probetas tratadas alcanzaron pesos constantes, al secarse al aire en las diferentes condiciones de humedad relativa y temperatura. Sin embargo, en seis casos, la etapa de secado no había finalizado completamente; y se decidió realizar las evaluaciones de igual forma que para los tratamientos totalmente secos (es decir, sin forzar el secado completo). En concreto, los casos son los siguientes: (1) El producto T-2o en los climas tropical subhúmedo Aw, templado subhúmedo, semiseco y templado húmedo; (2) El producto T-4o en el clima semiseco; y (3) El producto T-10P2o en el clima semiseco.

El riesgo del excesivo tiempo de gelificación del producto T-2o en condiciones de baja humedad relativa es que éste pueda favorecer la posibilidad de que una gran cantidad de los monómeros más volátiles se evapore antes de que se produzca la gelificación, y esto haga disminuir la cantidad final de polímero presente en la estructura porosa de la roca. No obstante, todos los resultados que a continuación se presentan permiten aceptar que finalmente tal riesgo no se ha materializado. Es decir, la cantidad final de polímero T-2o presente en la roca no se ha visto mermada en condiciones de baja humedad relativa, posiblemente como consecuencia del bajo contenido en monómeros volátiles del precursor polimérico prehidrolizado (TES40).

Concluida la etapa de secado de los productos en el interior de la estructura porosa de la toba volcánica, en primer lugar se determinaron los correspondientes valores promedio de producto final (Tabla 6.10). Este parámetro está directamente relacionado con la capacidad de cada producto para penetrar en la estructura porosa de la roca. El valor de producto final refleja la cantidad de polímero presente en dicha estructura, por lo que este parámetro puede tener importantes consecuencias en las eficacias consolidante e hidrofugante de los nanomateriales. Para todos los tratamientos, los valores más altos de producto final se han registrado en el sistema de alta temperatura (clima tropical subhúmedo Aw) y en el sistema de baja humedad relativa (clima semiseco). Por otra parte, los resultados ponen de manifiesto que bajo condiciones iguales de humedad relativa (50% HR), los valores de producto final de todos los tratamientos

tienden a ser mayores al aumentar la temperatura (climas tropical subhúmedo Aw', tropical subhúmedo Aw y templado subhúmedo). Además se observa que bajo condiciones a igual temperatura (20 °C), los valores de producto final de todos los tratamientos son máximos en condiciones de 25% HR (clima semiseco), seguidos de los registrados en condiciones de 90% HR (clima templado húmedo), siendo los más bajos los determinados en condiciones de 50% HR (clima templado subhúmedo).

Tabla 6.10 Valores de producto final (%) de los tratamientos.

	T-2o	T-4o	T-10P2o	TS3	TV100
Aw'	1.30±0.05		1.30±0.05	1.40±0.10	1.20±0.09
Aw	*0.80±0.02		0.90±0.20	0.60±0.06	0.90±0.20
Cw₁	*0.80±0.06		0.60±0.06	0.30±0.01	0.90±0.06
BS	*1.60±0.20	*1.50±0.20	*1.70±0.10	1.40±0.20	2.00±0.07
Cw₂	*0.90±0.11		0.70±0.08	0.60±0.06	1.10±0.20

* valor determinado aunque el tratamiento no se encuentra totalmente seco.

Como ya se ha indicado, una alta temperatura promueve el incremento en la velocidad de las reacciones de hidrólisis y condensación, por lo que la evaporación de los monómeros y dímeros más volátiles antes de que ocurra la gelificación en los poros de la roca es mucho menor que en condiciones de baja temperatura. Es decir, la rápida gelificación de todos los productos en el clima tropical subhúmedo Aw' puede contribuir a que la cantidad final de los polímeros presentes en la roca sea alta. Además, la mayor condensación entre los grupos Si-OH presentes en el sol y los grupos Si-OH de los silicatos en estas condiciones de alta temperatura, puede favorecer los elevados valores de producto final. En estas condiciones, la elevada reducción de volumen de los geles no afecta drásticamente a los valores de producto final.

Por otra parte, los altos valores de producto final registrados en el sistema de baja humedad relativa (clima semiseco) pueden ser debidos a su elevado tiempo de secado. A pesar de que se produzca una significativa evaporación de monómeros antes de gelificar, una vez que estos productos gelifican, existe continuidad en la unión de unidades poliméricas a la estructura principal. Es decir, el mayor tiempo de secado en estas condiciones puede permitir que durante el envejecimiento de los geles, continúen produciéndose más reacciones de policondensación y re-precipitación de unidades poliméricas que en condiciones de mayor humedad relativa. No obstante, hay que tener en cuenta que los valores correspondientes a los productos T deben disminuir levemente en este clima semiseco, ya que su etapa de secado no se ha completado.

En el resto de situaciones de exposición, los valores de materia seca son similares entre ellos, excepto en el caso del producto TS3 que ha sido expuesto en el clima templado subhúmedo donde es significativamente menor.

A continuación, las superficies de las probetas tratadas fueron visualizadas de nuevo mediante Microscopía Estereoscópica, con el objetivo de observar el aspecto macroscópico de la roca tratada tras ser expuesta en los diferentes ambientes climáticos. La morfología superficial de la roca ha sido modificada según el tipo de producto aplicado, y además, según las condiciones de exposición de cada tratamiento. Además, con el objetivo de tener una visualización a diferente magnificación y evaluar con mayor detalle la incorporación de los nanomateriales al sustrato pétreo, las imágenes de Microscopía Estereoscópica se presentan acompañadas por imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM). En general, la máxima magnificación utilizada para visualizar las superficies de roca tratadas (5000x), no ha sido suficiente para poder determinar claramente la morfología y el tamaño de las partículas de sílice que conforman los aglomerados de los geles. Sin embargo, las imágenes obtenidas sí han permitido observar la distribución espacial de los productos y examinar algunas características morfológicas de los geles y de los sistemas productos-superficie de grano.

Las superficies de las probetas tratadas con el producto T-2o expuestas en los diferentes ambientes climáticos, se observan en las Figuras 6.13-6.17.

Figura 6.13 Superficies de roca tratadas con el producto T-20 y expuestas en el clima tropical subhúmedo Aw'. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Figura 6.14 Superficies de roca tratadas con el producto T-20 y expuestas en el clima tropical subhúmedo Aw. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Cuando la roca tratada ha sido expuesta en climas tropicales subhúmedos (Figura 6.13 y 6.14), el nanomaterial se incorpora aleatoriamente en forma de pequeños aglomerados de siloxano, cubriendo tanto la matriz como los fenocristales. La imagen SEM obtenida a 500x muestra que el gel altera ligeramente la morfología superficial de la roca, por lo que los granos se observan con cierta dificultad. Por otra parte, la superficie pétreo tratada parece más compacta en condiciones de alta temperatura, ya que la microporosidad de la roca disminuye (60 vs. 40 °C). Esto puede deberse a que en este clima tropical subhúmedo Aw', el gel T-2o no fractura, siendo además esta situación de exposición la única donde este nanomaterial se encuentra seco completamente. Comparadas con estas imágenes SEM, las de las superficies expuestas en el clima templado subhúmedo muestran superficies pétreas que parecen menos compactas. Esta tendencia de compactación coincide con la de los valores de materia seca registrados en los tres ambientes climáticos.

Figura 6.15 Superficies de roca tratadas con el producto T-2o y expuestas en el clima templado subhúmedo Cw1. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Cuando el producto ha sido aplicado en condiciones del clima templado subhúmedo (Figura 6.15), éste está formado por pequeños aglomerados de siloxano distribuidos de forma aleatoria

en la superficie del sustrato pétreo, cubriendo tanto la matriz como los fenocristales. La imagen SEM obtenida a 500x para esta situación climática muestra que el gel T-2o no provoca cambios significativos en la morfología de la roca, ya que no se incorpora en su estructura porosa. En la imagen SEM obtenida a 1500x se aprecia con claridad que el nanomaterial se incorpora en la matriz del sustrato. La imagen SEM obtenida a 5000x confirma que el nanomaterial no modifica la morfología de los granos.

Figura 6.16 Superficies de roca tratadas con el producto T-2o y expuestas en el clima semiseco BS. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Figura 6.17 Superficies de roca tratadas con el producto T-2o y expuestas en el clima templado húmedo Cw₂. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

En el clima semiseco (Figura 6.16), el producto T-2o tiende a incorporarse a la roca mediante una distribución homogénea de pequeños aglomerados, preferentemente en la matriz. En este ambiente climático, el gel no provoca grandes cambios en la microporosidad de la roca, como se observa en la imagen SEM obtenida a 1500x. En la imagen SEM capturada a 5000x se visualiza que el nanomaterial T-2o une los granos de la matriz, aunque no llega a tapar los microporos. Por otra parte, cuando la roca tratada ha sido expuesta en el clima templado húmedo (Figura 6.17), la forma de interacción del producto T-2o consiste en una distribución heterogénea de aglomerados ligeramente más grandes que en el resto de situaciones climáticas. Las imágenes SEM obtenidas a 1500 y 5000x muestran que este producto no tiende a tapar los microporos del sustrato en este clima templado húmedo.

Las superficies de las probetas tratadas con el producto T-10P2o expuestas a las diferentes situaciones climáticas, se observan en las Figuras 6.18-6.22

Figura 6.18 Superficies de roca tratadas con el producto T-10P2o y expuestas en el clima tropical subhúmedo Aw'. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Figura 6.19 Superficies de roca tratadas con el producto T-10P2o y expuestas en el clima tropical subhúmedo Aw. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Si la roca tratada ha sido expuesta en climas tropicales subhúmedos (Figuras 6.18 y 6.19), el gel T-10P2o queda distribuido de forma homogénea en la superficie del sustrato pétreo. La imagen SEM obtenida a 500x muestra que este gel no provoca cambios en la morfología y microporosidad de la roca. Las imágenes SEM obtenidas a 1500 y 5000x muestran que el nanomaterial cubre los granos.

Figura 6.20 Superficies de roca tratadas con el producto T-10P2o y expuestas en el clima templado subhúmedo. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Cuando el producto ha sido expuesto en las condiciones del clima templado subhúmedo (Figura 6.20), se observa que el gel tiende a incorporarse homogéneamente en forma de pequeños aglomerados. La imagen SEM obtenida a 500x muestra que el tratamiento no afecta a la morfología superficial ni a la microporosidad de la roca. En las imágenes SEM capturadas a 1500 y 5000x se aprecia que el gel T-10P2o cubre los granos.

Figura 6.21 Superficies de roca tratadas con el producto T-10P2o y expuestas en el clima semiseco. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Figura 6.22 Superficies de roca tratadas con el producto T-10P2o y expuestas en el clima templado húmedo. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Cuando la roca tratada ha sido expuesta en el clima semiseco (Figura 6.21), el producto T-10P2o queda distribuido de forma homogénea en forma de aglomerados sobre la superficie del sustrato. Comparando las imágenes SEM de este ambiente de exposición con las del clima templado subhúmedo (Figura 6.20), se observa que cuanto mayor es la humedad relativa ambiental mayor es la cantidad de aglomerados en la superficie de la roca, lo que favorece que dicha superficie no sea visible fácilmente. Por otra parte, las imágenes SEM obtenidas a 500x en condiciones de 20 °C (Figuras 6.20, 6.21 y 6.22), muestran que el producto no altera la morfología superficial de la roca, permitiendo la visualización de los granos y conservando la microporosidad. No obstante, las imágenes SEM obtenidas a 1500 y 5000x muestran que la incorporación del producto T-10P2o es diferente en función del valor de humedad relativa ambiental. En el clima semiseco, el tratamiento permite observar la morfología de los granos.

Las superficies de las probetas tratadas con el producto TS3 que han sido expuestas en los diferentes ambientes climáticos, se observan en las Figuras 6.23-6.27.

Figura 6.23 Superficies de roca tratadas con el producto TS3 y expuestas en el clima tropical subhúmedo Aw'. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Figura 6.24 Superficies de roca tratadas con el producto TS3 y expuestas en el clima tropical subhúmedo Aw. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Cuando el producto TS3 es aplicado en climas tropicales subhúmedos (Figuras 6.23 y 6.24), el gel cubre la superficie pétreo en forma de aglomerados, los cuales son más grandes en condiciones de alta temperatura (60 °C). Tales aglomerados son distribuidos de forma más heterogénea que en el clima templado subhúmedo (Figura 6.25). Las imágenes SEM obtenidas a 500x en estos climas tropicales muestran que la morfología superficial de la roca no cambia al aumentar la temperatura ambiental. Comparando las imágenes SEM con las del clima templado subhúmedo (Figura 6.25), no se aprecian diferencias significativas en la microporosidad ni en la forma de incorporación del producto.

Figura 6.25 Superficies de roca tratadas con el producto TS3 y expuestas en el clima templado subhúmedo. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Cuando el producto TS3 ha sido expuesto en el clima templado subhúmedo (Figura 6.25), el nanomaterial se incorpora en forma de pequeños aglomerados con una distribución homogénea sobre la superficie de la roca. En la imagen SEM obtenida a 500x se visualiza una forma compacta de la superficie pétrea provocada por la incorporación del gel TS3. Además, se observa que el gel TS3 provoca una modificación en la microporosidad de la roca, la cual puede ser favorecida por la no fractura del gel durante su etapa de secado. Por otra parte, en las imágenes SEM obtenidas a 1500 y 5000x se advierte que el producto provoca un cambio en la morfología de los granos, dificultando su visualización.

Figura 6.26 Superficies de roca tratadas con el producto TS3 y expuestas en el sistema semiseco. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Figura 6.27 Superficies de roca tratadas con el producto TS3 y expuestas en el clima templado húmedo. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Cuando la roca tratada ha sido expuesta en el clima semiseco (Figura 6.26), el gel queda distribuido homogéneamente en forma de pequeños aglomerados de siloxano sobre la superficie pétrea. Cuando la roca tratada ha sido expuesta en un clima templado húmedo (Figura 6.27), la forma de incorporación del gel TS3 consiste en pequeños aglomerados distribuidos aleatoriamente sobre la superficie. Las imágenes SEM capturadas a 500x en condiciones de estas dos situaciones de exposición, permiten observar que no existen cambios en la microporosidad de la roca provocadas por el tratamiento. En las imágenes SEM obtenidas a 1500 y 5000x en ambos ambientes climáticos, se observa la incorporación del gel TS3 entre los granos de la roca.

Las superficies de las probetas tratadas con el producto TV100 expuestas en los diferentes ambientes climáticos, se observan en las Figuras 6.28-6.32.

Figura 6.28 Superficies de roca tratadas con el producto TV100 y expuestas en el clima tropical subhúmedo Aw'. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Figura 6.29 Superficies de roca tratadas con el producto TV100 y expuestas en el clima tropical subhúmedo Aw. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Cuando el producto TV100 es aplicado en climas tropicales subhúmedos (Figuras 6.28 y 6.29), el nanomaterial cubre homogéneamente la superficie pétrea en forma de pequeños aglomerados de siloxano, especialmente en condiciones de alta temperatura. En la roca expuesta en este clima tropical subhúmedo Aw' se observa una gran cantidad de aglomerados, corroborada por el elevado valor de producto final registrado en este ambiente climático (Tabla 6.10). Por otra parte, las imágenes SEM obtenidas a 500x muestran que el producto no afecta a la porosidad del sustrato pétreo, provocando sólo ligeros cambios en la morfología de la superficie. La forma de incorporación del gel TV100 en estos climas tropicales subhúmedos es diferente a la observada en el clima templado subhúmedo, como se advierte en las imágenes SEM capturadas a 1500 y 5000x.

Figura 6.30 Superficies de roca tratadas con el producto TV100 y expuestas en el clima templado subhúmedo. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Cuando el producto ha sido expuesto en condiciones del clima templado subhúmedo (Figura 6.30), el gel TV100 tiende a distribuirse aleatoriamente en forma de pequeños aglomerados sobre la superficie del sustrato pétreo. La imagen SEM obtenida a 500x muestra que este producto se incorpora sólo en algunos poros de la roca, sin afectar a su morfología superficial. Las imágenes SEM obtenidas a 1500 y 5000x muestran con detalle dicha incorporación del producto.

Figura 6.31 Superficies de roca tratadas con el producto TV100 y expuestas en el clima semiseco. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Figura 6.32 Superficies de roca tratadas con el producto TV100 y expuestas en el clima templado húmedo. a) Imagen obtenida mediante Microscopía Estereoscópica a 140x; b), c) y d) Imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Cuando la roca tratada ha sido expuesta en el clima semiseco (Figura 6.31), la aplicación del tratamiento TV100 ha modificado la superficie del sustrato pétreo, no permitiendo una clara observación de la matriz. Este efecto también es observado en las probetas de roca que han sido expuestas en el clima templado húmedo (Figura 6.32). Las imágenes SEM correspondientes a ambos ambientes climáticos, muestran que el material modifica la morfología superficial de la roca, al igual que la microporosidad del material. Las imágenes SEM obtenidas a 5000x muestran que el gel TV100 tiende a incorporarse de una forma muy similar en todos los sistemas climáticos. En concreto, el cambio más significativo se observa en la imagen obtenida a 5000x cuando la roca ha sido expuesta en el clima templado subhúmedo (Figura 6.30).

6.2.3 POSIBLES CAMBIOS CROMÁTICOS

Se evaluaron las variaciones cromáticas provocadas por todos los tratamientos en las diferentes situaciones de exposición, determinándose las diferencias de color obtenidas en coordenadas cartesianas (ΔL^* , Δa^* , Δb^*) y el vector definido por ellas, ΔE^* (diferencia de color total).^{10,11} En la Tabla 6.11 se presentan los valores de ΔE^* determinados mediante este tipo de ensayo. Los cambios cromáticos menos acusados se han registrado en las superficies tratadas con los productos T-2o y T-10P2o, expuestas en climas tropicales subhúmedos. Por otra parte, el producto TV100 produce cambios de color superiores a 3 (umbral de perceptibilidad del ojo humano,¹⁰⁻¹² y sugerido por algunos autores como máximo cambio de color permitido) en todos los ambientes climáticos. No obstante, para otros autores,¹³ el cambio de color permitido puede ser igual o inferior a 5. El cambio de color total provocado por el tratamiento TV100 es más acusado en condiciones de baja humedad relativa, debido principalmente a un importante oscurecimiento (ΔL^* negativo). En este clima semiseco es donde se ha registrado el mayor valor de materia seca para el producto TV100.

Tabla 6.11 Cambio de color total (ΔE^*) de los tratamientos.

	T-2o	T-4o	T-10P2o	TS3	TV100
Aw'	1.5±0.2	-	1.0±0.2	2.5±0.4	4.2±0.4
Aw	*1.5±0.3	-	1.1±0.3	1.6±0.1	6.5±1.4
Cw₁	*2.5±0.3	-	2.6±0.3	2.4±0.4	4.9±0.4
BS	*3.2±0.4	*1.7±1.1	*4.2±0.3	1.7±0.3	8.5±0.9
Cw₂	*1.9±0.3	-	2.0±0.3	1.5±0.3	6.3±1.0

* valor determinado aunque el tratamiento no se encuentra totalmente seco.

Los valores promedio de ΔE^* obtenidos para las formulaciones T (T-2o, T-4o y T-10P2o) están por debajo del umbral de perceptibilidad del ojo humano ($\Delta E^* < 3$) en la mayoría de ambientes de exposición. Sin embargo, en condiciones de baja humedad relativa los tratamientos T-2o y T-10P2o provocan cambios de color que superan muy levemente el valor 3, debido principalmente a un efecto azulado (valores negativos de Δb^*) y al oscurecimiento (ΔL^* negativo), respectivamente. El hecho de que estos dos registros correspondan a superficies en las que los tratamientos no se encuentran totalmente secos, nos hace pensar que estos dos valores de ΔE^* irán disminuyendo con el transcurso del tiempo.

Las variaciones de color generadas por el tratamiento TS3 están por debajo del umbral de perceptibilidad del ojo humano en todas las condiciones de exposición, siendo la menos acusada la registrada en superficies expuestas en el clima templado húmedo.

6.3 EFICACIA CONSOLIDANTE

La eficacia consolidante de los tratamientos se evaluó determinando los valores promedio de dureza Leeb de las superficies de roca tratadas y expuestas en los diferentes ambientes climáticos. Estos valores se muestran en la Tabla 6.11.

Tabla 6.12 Valores de dureza Leeb.

	sin tratar	T-2o	T-4o	T-10P2o	TS3	TV100
Aw'	280±11	303±23	-	283±12	285±16	296±11
Aw	267±16	293±15	-	281±11	270±15	269±13
Cw₁	258±10	291±10	-	296±4	292±3	260±13
BS	270±12	286±19	297±18	282±6	290±7	271±15
Cw₂	268±12	277±14	-	288±6	296±14	279±20

Los valores de dureza Leeb de las superficies pétreas tratadas son muy similares a los valores registrados en superficies sin tratar. Esta aparente falta de eficacia consolidante por parte de todos los productos en todos los ambientes climáticos, puede deberse a ciertas limitaciones de la metodología utilizada para el caso de esta toba volcánica. Es decir, al tratarse de una roca de porosidad intermedia y deteriorada, las áreas sobre las que se hicieron los ensayos de impacto fueron demasiado pequeñas como para que esta técnica fuese sensible al efecto de los tratamientos sobre la cohesión de la roca.

Sin embargo, se observan pequeños cambios en la eficacia del producto T-2o, la cual es máxima en condiciones de alta temperatura, lo que puede deberse a que en este ambiente climático (clima tropical subhúmedo Aw') se registra un elevado valor de producto final (5.9%), siendo ésta la única situación de exposición donde el gel se encuentra seco completamente. Además, las imágenes SEM muestran la reducción en la porosidad de la roca gracias la forma compacta de la superficie tratada por el gel T-2o en este ambiente climático. La eficacia consolidante del producto T-10P2o, no presenta una concordancia con los resultados obtenidos de los análisis de compresión uniaxial en la caracterización de los geles. Los valores mostrados en la Tabla 6.11 muestran un ligero aumento en la dureza Leeb's cuando el producto T-10P2o ha sido aplicado en el clima templado subhúmedo, lo cual puede deberse a la menor elasticidad del gel, permitiendo una baja deformación, y por tanto, una menor reducción de volumen durante las etapas de envejecimiento y secado. Además, en esta situación climática el gel T-10P2o generado no se fractura, lo que contribuye a mejorar la eficacia consolidante de dicho tratamiento. Las imágenes SEM muestran una gran cantidad de aglomerados de gel sobre la superficie pétreo, aunque el valor de producto final no es muy alto.

El producto TS3 presenta un ligero aumento en la eficacia consolidante cuando es expuesto en el clima templado húmedo. Este hecho puede deberse también a que el gel presenta el valor máximo de carga máxima en este ambiente de exposición. La elevada humedad relativa en este clima favorece la disminución drástica de la elasticidad del gel TS3 (Tabla 6.6), aunque sufre una acusada reducción de volumen. En estas condiciones ambientales el gel contiene mesoporos y no fractura, contribuyendo esto a su eficacia consolidante. Por último, la eficacia consolidante del producto TV100 es mayor cuando ha sido aplicado en el clima tropical subhúmedo Aw', lo cual puede deberse a que en este ambiente climático se registra un elevado valor de producto final. Además, en las imágenes SEM se observa la formación de una capa de gel TV100 sobre la superficie de la probeta en este ambiente.

6.4 EFICACIA HIDROFUGANTE

En primer lugar se determinó el tiempo de permanencia de microgotas de agua depositadas sobre las superficies pétreas. Para ello las probetas permanecieron durante todo el ensayo en el interior de sus respectivos sistemas de control, con el propósito de simular situaciones reales de intervención. Sin embargo, es conveniente adoptar precauciones en la interpretación de resultados obtenidos en los ambientes de exposición a alta humedad relativa y alta temperatura. Es decir, en tales ambientes los tiempos de retención de microgotas de agua pueden estar condicionados por fenómenos de condensación y evaporación de agua, lo que puede conducir a conclusiones erróneas sobre la eficacia hidrofugante de los tratamientos. En la Tabla 6.13 se presentan los valores de tiempo de permanencia de las microgotas de agua sobre las superficies pétreas en las diferentes situaciones de exposición.

Tabla 6.13 Tiempo de retención de microgotas de agua (minutos) sobre las superficies pétreas.

	sin tratar	T-2o	T-4o	T-10P2o	TS3	TV100
Aw'	0	0		8.0±0.6	0	6.0±0.4
Aw	0	*8.0±0.5		14.0±0.6	1.0±0.1	24.0±1.6
Cw₁	0	*12.0±0.9		>30	0	>30
BS	0	*21.0±1.4	*30.0±1.5	*>30	>30	>30
Cw₂	0	*0		>30	0	>30

* valor determinado aunque el tratamiento no se encuentra totalmente seco.

En primer lugar destaca, precisamente, que en condiciones de 40 y 60 °C los valores son generalmente menores a los registrados en condiciones de 20 °C, lo que puede ser promovido por la mayor evaporación de las microgotas de agua a esas altas temperaturas. Independientemente de esta posibilidad, en condiciones de 40 y 60 °C los tratamientos que mayor eficacia hidrofugante demuestran son los productos T-10P2o y TV100. En el clima

tropical subhúmedo Aw', éstos son los dos únicos tratamientos que permiten la retención de las microgotas de agua.

Estos dos productos también son los tratamientos con mejores propiedades hidrofugantes en condiciones de 20 °C, ya que en ellos se registran los valores más altos de tiempo de retención. De hecho, en las condiciones de exposición de 50 y 90% HR (clima templado subhúmedo y templado húmedo, respectivamente) son los únicos geles que dotan a la superficie pétreo de propiedad hidrofugante. Por el contrario, en condiciones de baja humedad relativa (clima semiseco) todos los tratamientos dotan a la superficie pétreo de la máxima propiedad hidrofugante. Este fenómeno generalizado puede deberse a que en estas condiciones, las reacciones de hidrólisis y condensación aún no están completadas (de hecho, los geles T no se encuentran totalmente secos). Es decir, estos valores altos de tiempo de permanencia de las microgotas de agua pueden deberse a la presencia de grupos etoxi aún sin hidrolizar en las superficies pétreas expuestas en el clima semiseco. A pesar de esta posible presencia de grupos etoxi sin hidrolizar, los altos valores de tiempos de retención de microgotas de agua sobre superficies donde los tratamientos no se encuentran totalmente secos, permiten suponer que la etapa de secado de los geles está muy avanzada.

Mediante el segundo tipo de ensayo se evaluó la hidrofobicidad de los productos mediante la determinación de los ángulos de contacto estático de microgotas de agua,¹⁴ depositadas sobre las superficies pétreas. Según la norma UNE-EN 15802:2010, las superficies en las que se registran ángulos de contacto estático superiores a 90° pueden ser consideradas como hidrófobas. La medida de todos los ángulos de contacto se realizó en condiciones de laboratorio, similares a las existentes en un clima templado subhúmedo (50% HR y 20 °C). En la Tabla 6.14 se presentan los resultados obtenidos de este segundo tipo de ensayo, que corroboran lo inducido del primero, es decir, que los tratamientos que demuestran mayor eficacia hidrofugante son los productos T-10P2o y TV100. El producto T-10P2o muestra una gran eficacia hidrofugante en todos los ambientes de exposición, siendo algo inferior en condiciones de alta temperatura. No obstante, la posterior evaluación más exacta mediante la medida de ángulos de contacto dinámico demuestra la elevada hidrofobicidad y repelencia al agua del producto T-

10P2o en condiciones del clima tropical subhúmedo Aw'. El producto TV100 también muestra una elevada eficacia en todos los climas, siendo significativamente inferior en el clima semiseco.

Tabla 6.14 Ángulos de contacto estático de microgotas de agua (°).

	sin tratar	T-2o	T-4o	T-10P2o	TS3	TV100
Aw'	0	0		128±4	0	145±6
Aw	0	*129±4		135±2	57±2	129±4
Cw₁	0	*130±3		136±5	0	131±3
BS	0	*120±2	*117±3	*136±1	126±2	120±3
Cw₂	0	*0		135±4	0	131±5

* valor determinado aunque el tratamiento no se encuentra totalmente seco.

Por tanto, los productos T-10P2o y TV100 pueden tener un especial interés de aplicación, ya que consolidan e hidrofugan mediante una única aplicación. Es decir, en situaciones específicas donde la roca haya perdido cohesión y el agua sea un factor de alteración importante, puede ser necesaria una intervención que incluya acciones de restauración y de protección. Además, teniendo en cuenta que el agua es el principal vehículo de penetración de agentes de deterioro en los materiales pétreos (sales solubles, microorganismos, etc.), la obtención de productos que permitan consolidar y proteger a la roca de la entrada de agua líquida, presenta un gran interés en el campo de la conservación-restauración.

Como se comentó en el Capítulo 2, el T-10P2o es un producto híbrido orgánico-inorgánico. Su componente orgánico es un polidimetilsiloxano con grupos OH terminales (PDMS), el cual dota de propiedades hidrófobas al tratamiento, debido al efecto generado por los grupos metilo integrados en la red de sílice. Además, mediante SEM se ha observado que este producto T-10P2o genera películas continuas en los climas tropical subhúmedo Aw' y templado húmedo, lo que puede contribuir a evitar la entrada de agua líquida. Por otra parte, la propiedad hidrofugante

del producto TV100 es más alta de la esperada para un producto que no contiene grupos orgánicos. El aspecto de los tratamientos visualizados mediante SEM, permiten inferir que la propiedad hidrofugante del producto TV100 se debe a que genera una capa uniforme (aunque fracturada) sobre la superficie pétreas. Es decir, este tipo de tratamiento reduce significativamente la porosidad de la roca, lo que puede contribuir a evitar la penetración de agua líquida. Este tipo de películas continuas son observadas mediante SEM con mayor claridad en los climas tropical subhúmedo Aw', semiseco y templado húmedo. Por otra parte, este producto TV100 dota a las superficies pétreas de propiedad hidrofugante incluso cuando son expuestas en condiciones de clima templado subhúmedo, donde los tratamientos están formados por agregados de siloxano distribuidos de forma aleatoria.

Por tanto, en las situaciones de exposición donde los productos T-10P2o y TV100 generan capas continuas de gel, es recomendable llevar a cabo una investigación previa de compatibilidad con la roca, para poder determinar la idoneidad de estos tratamientos. Este estudio previo debería centrarse en determinar las modificaciones provocadas por los tratamientos en propiedades físicas de la roca, tales como la porosidad y la permeabilidad al vapor de agua. En el caso de la porosidad, se deberá evaluar especialmente la variación que los tratamientos provocan en la distribución de tamaños de poro de la roca, ya que una disminución de porosidad significativa o un aumento en los microporos, podría aumentar la alterabilidad de la toba volcánica.¹⁵ La variación de la permeabilidad al vapor de agua está en parte relacionada con la modificación en la porosidad, pero también dependerá de las características superficiales de los geles. En definitiva, el tratamiento con estos productos debe permitir el paso de humedad a través de la roca, para impedir la acumulación de agua y sales en determinadas zonas. Precisamente, el hecho de que los productos hidrofugantes comerciales suelen formar películas uniformes sobre las superficies pétreas, ha sido la principal causa de que en México se haya limitado durante los últimos años la utilización de este tipo de productos. De hecho, aquellas intervenciones en las que sí se han aplicado productos hidrofugantes, han sido casos donde se han tomado medidas preventivas para controlar los posibles problemas derivados del ascenso capilar de agua y/o migración de sales solubles. En el presente trabajo, los productos T-10P2o y TV100 han demostrado una doble eficacia (consolidante e hidrofugante) en todos los ambientes de exposición. Tal eficacia ha sido confirmada incluso en los climas tropical

subhúmedo Aw y templado subhúmedo, donde los productos generan pequeños aglomerados de siloxanos distribuidos uniforme o aleatoriamente sobre la superficie pétreo. Por tanto, en estas condiciones de exposición, los tratamientos T-10P2o y TV100 no ponen en riesgo a la roca por una excesiva modificación de la porosidad y de la permeabilidad al vapor de agua.

El producto T-2o demuestra tener eficacia hidrofugante cuando ha sido expuesto en condiciones de los climas tropical subhúmedo Aw, templado subhúmedo y semiseco, lo que puede deberse a la presencia de grupos etoxi aún sin hidrolizar en la superficie pétreo. El producto T-4o tiene propiedad hidrofugante en el único ambiente de exposición donde ha sido evaluado (clima semiseco), lo que también puede deberse a esta presencia de grupos etoxi favorecida por el excesivo tiempo de secado. El producto TS3 sólo demuestra propiedad hidrofugante en el clima semiseco, donde se ha registrado su máximo valor de producto final (Tabla 6.10). En estas condiciones de baja humedad relativa, el gel TS3 queda distribuido homogéneamente reduciendo la porosidad de la roca, lo que puede contribuir a evitar la penetración de agua líquida.

Además, fue posible evaluar con más exactitud la eficacia hidrofugante del producto T-10P2o, determinando los valores promedio de ángulos de contacto dinámico de microgotas de agua, depositadas sobre las superficies tratadas. Se decidió evaluar sólo el tratamiento T-10P2o ya que es el único producto del estudio diseñado específicamente para dotar a las superficies de propiedad hidrofugante, gracias principalmente a la reducida energía superficial del PDMS.

La medida de estos ángulos también se realizó en condiciones de laboratorio similares a las existentes en un clima templado subhúmedo (50% HR y 20 °C), y los resultados se muestran en la Tabla 6.15. Como se comentó en el Capítulo 2, la eficacia de un tratamiento hidrofugante está condicionada por la combinación de dos propiedades: hidrofobicidad y repelencia al agua. La hidrofobicidad de una superficie es evaluada mediante la determinación de los ángulos de avance (θ_A) y retroceso (θ_R), mientras que la diferencia entre estos valores (histéresis del ángulo de contacto) permite evaluar la repelencia al agua de dicha superficie. Sólo los materiales con ángulos de retroceso superiores a 90° pueden ser considerados hidrófobos, mientras que una superficie es más repelente al agua cuanto menor es la histéresis del ángulo de contacto.

Tabla 6.15 Ángulos de contacto dinámico de microgotas de agua sobre roca tratada con el producto T-10P2o.

	θ_A (°)	θ_R (°)	Histéresis (°)	FS (dyn·cm ⁻¹)
Aw'	140±5	131±3	6±2	6±2
Aw	140±4	135±2	4±1	3±1
Cw₁	146±6	141±3	5±2	4±1
BS	*140±5	*128±3	*12±3	*12±2
Cw₂	132±4	124±4	8±3	8±2

θ_A = Ángulo de avance; θ_R = Ángulo de retroceso; FS = Fuerza de deslizamiento; * valor determinado aunque el tratamiento no se encuentra totalmente seco.

De acuerdo con los resultados obtenidos de esta evaluación, el producto T-10P2o dota a la superficie pétrea de propiedad hidrofugante en todas las condiciones de exposición, ya que sus ángulos de retroceso son superiores a 90° en todos los casos. Tanto esta hidrofobicidad como la repelencia al agua son propiedades que se han visto favorecidas en condiciones de 50% HR (climas tropicales subhúmedos y clima templado subhúmedo), donde se han registrado los valores más altos de ángulo de retroceso y más bajos de histéresis del ángulo de contacto. Una mayor contracción de los geles durante las etapas de envejecimiento y secado del gel (Tabla 6.5) debe generar una película con mayor rugosidad superficial, lo que favorece la repelencia al agua del tratamiento (máxima en el clima tropical subhúmedo Aw). En las condiciones de exposición de los climas tropical subhúmedo Aw y templado subhúmedo este gel T-10P2o ha demostrado su mayor eficacia hidrofugante, favorecida porque éste permanece sin fractura y homogéneo, generando una capa continua y grandes agregados, respectivamente. En condiciones de exposición de 50% HR, la hidrofobicidad de este tratamiento se ve favorecida al disminuir la temperatura, ya que en condiciones de alta temperatura (clima tropical subhúmedo Aw), el gel acaba fracturándose.

Este producto bajo las condiciones de un clima semiseco igualmente genera tratamientos constituidos por aglomerados de gel monolítico y homogéneo. Por otra parte, el producto T-10P2o sufre separación de fases (y fractura asociada) en condiciones de alta humedad relativa (clima templado húmedo), lo que también contribuye a una menor eficacia hidrofugante a pesar de formar una capa continua que ocupa la mayor parte de la superficie pétreo.

Por último, el análisis integral de los resultados relacionados con las eficacias consolidante e hidrofugante de los tratamientos, permite entender algunos aspectos relacionados con limitaciones de aplicabilidad en determinadas situaciones de exposición.

En cuanto a la evaluación de la eficacia consolidante, los resultados no han mostrado diferencias significativas de dureza Leeb's entre todas las superficies tratadas. Esto hace complicada la determinación de parámetros importantes que ayuden a optimizar las estrategias de síntesis en función de las condiciones de intervención. No obstante, en la síntesis de productos para ser aplicados en condiciones de temperatura inferior a 60 °C, es conveniente el uso de catalizadores idóneos que aseguren el secado completo del gel, ya que geles húmedos pueden condicionar la eficacia consolidante en estos ambientes de intervención. Es importante para mejorar la cohesión de la roca, que con los tratamientos consolidantes se registren elevados valores de producto final en el sustrato pétreo. Además, si el gel tiene cierta elasticidad, esto puede ayudar a que éste soporte sin fractura los esfuerzos transmitidos por los minerales cuando experimentan cambios de volumen derivados de modificaciones importantes de temperatura. En este sentido, el trabajo realizado por Zárraga y col.,¹⁶ es interesante, ya que en él se desarrollaron nanomateriales utilizando el catalizador DBTL (que colabora al secado completo del gel) y el polidimetilsiloxano con grupos OH terminales (PDMS), que aporta elasticidad al nanomaterial.

Finalmente, todos los productos han demostrado tener eficacia hidrofugante en la mayoría de ambientes de exposición; sin embargo, en condiciones de alta temperatura y alta humedad relativa, pueden provocar problemas de incompatibilidad con la roca al formar una capa continua sobre la superficie pétreo. Es por ello que, es necesaria una optimización de las estrategias de síntesis de estos nanomateriales para ser utilizados en ambos ambientes climáticos. En el caso del clima templado húmedo, la optimización podría consistir en reducir la concentración del

catalizador o incrementar el pH presente en el proceso sol-gel, para intentar disminuir la velocidad de polimerización, permitiendo así que el producto penetre en mayor grado. La reducción de porosidad (especialmente, intraparticular) del gel provocada al disminuir la concentración del catalizador, posiblemente no genere riesgos de compatibilidad con la roca derivados de las propiedades del sistema poroso del gel, gracias a la menor agregación de partículas en estas condiciones de alta humedad relativa. En condiciones de alta temperatura (clima tropical subhúmedo Aw) un aumento del pH presente en el proceso sol-gel puede ayudar a aumentar el tiempo de gelificación de los nanomateriales, y además, valores de $\text{pH} \geq 7$ pueden favorecer el crecimiento de las partículas y provocar un aumento del volumen poroso.

Bibliografía

- (1) Mosquera, M. J.; De Los Santos, D. M.; Rivas, T. Surfactant-Synthesized Ormosils with Application to Stone Restoration. *Langmuir* **2010**, *26* (9), 6737–6745.
- (2) Goins, E. S. Alkoxysilane Stone Consolidants: The Effect Of The Stone Substrate On The Polymerization Process, University College London, 1995.
- (3) Méndez-Vivar, J. The Interaction of Dibutyltin Dilaureate with Tetraethyl Orthosilicate in Sol-Gel Systems. *J. Sol-Gel Sci. Technol.* **2006**, *38*, 159–166.
- (4) Salazar-Hernández, C.; Cervantes, J.; Alonso, S. Viscoelastic Characterization of TEOS Sols in Three Different Solvents When DBTL Is Used as Polycondensation Catalyst. *J. Sol-Gel Sci. Technol.* **2010**, *54*, 77–82.
- (5) Illescas Salinas, J. F. Nuevos Nanomateriales para la Conservación del Patrimonio Monumental Andaluz, Universidad de Cádiz, 2012.
- (6) Lev, O.; Tsionsky, M.; Rabinovich, L.; Pankratov, I.; Gun, J. Organically Modified Sol-Gel Sensors. *Anal. Chem.* **1995**, *67*.
- (7) Thommes, M.; Kaneko, K.; Neimark, A. V; Olivier, J. P.; Rodriguez-reinoso, F.; Rouquerol, J.; Sing, K. S. W. *Physisorption of Gases, with Special Reference to the Evaluation of Surface Area and Pore Size Distribution (IUPAC Technical Report)*; 2015; Vol. 87.
- (8) Kruk, M.; Jaroniec, M. Gas Adsorption Characterization of Ordered Organic - Inorganic Nanocomposite Materials. *Chem. Matter* **2001**, *13*, 3169–3183.
- (9) Illescas, J. F.; Mosquera, M. J. Producing Surfactant-Synthesized Nanomaterials In Situ

on a Building Substrate, without Volatile Organic Compounds. *ACS Appl. Mater. Interfaces* **2012**, *4*, 4259–4269.

- (10) Brainard, D. H. Color Appearance and Color Difference Specification. In *The Science of Color*; Optical Society of America: United States of America, 2003.
- (11) Berns, R. S. *Billmeyer and Saltzman's Principles of Color Technology*; Wiley-Interscience: New York (USA), 2000.
- (12) Rodrigues, J. D.; Grossi, A. Indicators and Ratings for the Compatibility Assessment of Conservation Actions. *J. Cult. Herit.* **2007**, *8*, 32–43.
- (13) H.S., S.; Snethlage. *Report of Dablen Workshop on Saving Our Architectural Heritage*, Berlin (Alemania), 1996.
- (14) Asociación Española de Normalización y Certificación. UNE-EN 15 802. 2010, pp 12–14.
- (15) R., V. *Metodología de Diagnóstico y Evaluación de Tratamientos para la Consevación de los Edificios Históricos*; Comares: España, 2003; pp 194–207.
- (16) Zárraga, R.; Cervantes, J.; Salazar-Hernandez, C.; Wheeler, G. Effect of the Addition of Hydroxyl-Terminated Polydimethylsiloxane to TEOS-Based Stone Protective Materials. *J. Sol-Gel Sci. Technol.* **2010**, *11*, 138–144.

Capítulo 7 CONCLUSIONES

Los resultados de la presente Tesis de Maestría han permitido obtener interesantes conclusiones de diferente índole, las cuales son expuestas a continuación en función de la etapa metodológica de procedencia.

1. Con respecto a la construcción y optimización de los sistemas con condiciones controladas de humedad relativa y temperatura, se concluye que:

- La plataforma Arduino ha permitido desarrollar un eficiente dispositivo capaz de registrar valores de humedad relativa y temperatura en los ambientes confinados contruidos, así como de generar acciones automáticas para controlar los valores de ambos parámetros ambientales.
- La recopilación de datos (condiciones de humedad relativa y temperatura) en tiempo real y su automática representación gráfica, han sido importantes herramientas para realizar el seguimiento y control de la exposición de muestras en los sistemas de control.

2. En relación a la caracterización de los nanomateriales una vez finalizada la exposición de las muestras en los sistemas de control, se concluye lo siguiente:

- El efecto catalítico desempeñado por la n-octilamina en los productos T se mantiene independientemente de las situaciones de exposición.
- Un aumento de la temperatura ambiental provoca el incremento en la velocidad de las reacciones de hidrólisis y condensación en todos los productos evaluados, y por tanto, fomenta una reducción en sus tiempos de gelificación.
- Los tiempos de gelificación de todos los productos estudiados aumentan en condiciones de baja humedad relativa (clima semiseco), ya que el vapor de agua ambiental participa como reactivo limitante en la reacción de hidrólisis. Este elevado

tiempo de gelificación contribuye a un mayor tiempo de secado de todos los geles en tales situaciones de exposición.

- La contracción de los geles T es mayor cuando la temperatura ambiental aumenta. Esta tendencia se debe al incremento en la elasticidad de este tipo de geles y a la elevada evaporación de alcohol y agua después de que ocurra la gelificación en estas condiciones ambientales.
- La mesoporosidad y el volumen poroso de los productos T son mayores al aumentar la temperatura y la humedad relativa ambiental. Por el contrario, los productos TS3 y TV100 generan geles con menor volumen poroso conforme aumenta la temperatura.
- Cuanto mayor es la humedad relativa ambiental menor es la contracción del nanomaterial TS3, ya que su elasticidad tiende a disminuir. Por tanto, este gel es más rígido y aumenta su carga máxima en el clima templado húmedo, siendo el nanomaterial con mayor resistencia a la compresión uniaxial de todos los evaluados.
- El gel TS3 presenta una baja agregación de partículas en condiciones de alta humedad relativa (clima templado húmedo). Este hecho permite que el nanomaterial no se fracture gracias a su elevado volumen poroso.
- Condiciones de alta humedad relativa (clima templado húmedo) provocan una separación de fases en los nanomateriales T, por lo que la n-octilamina apenas interactúa con los oligómeros de silicio, y por tanto, no reduce la presión capilar de los geles durante la etapa de secado.

3. Referente a la evaluación de la interacción roca-tratamientos y de las eficacias consolidante e hidrofugante de los productos, se concluye que:

- Los productos del presente estudio demostraron ser químicamente compatibles con el sustrato, ya que no han reaccionado alterando la roca a escala micro y macroscópica.

- El producto T-10P2o tiende a generar películas continuas en los climas tropical subhúmedo Aw' y templado húmedo, como se observa en las imágenes obtenidas a 140x mediante Microscopía Estereoscópica. Este efecto puede alterar la porosidad de la roca, dificultar la transferencia de vapor de agua y el movimiento de sales solubles en algunas zonas del sustrato.
- El producto TV100 ha presentado problemas de aplicabilidad. En concreto, este gel genera películas continuas en la mayoría de los ambientes de exposición, como se observa en las imágenes capturadas a 140x mediante Microscopía Estereoscópica. Este hecho puede generar problemas similares a los mencionados en el caso del producto T-10P2o, cuando se observa este mismo comportamiento. Además, el gel TV100 provoca cambios cromáticos perceptibles al ojo humano en todos los ambientes de exposición.
- Los productos T-2o y TS3 suelen generar agregados de siloxanos en todas las situaciones de exposición, pudiendo quedar distribuidos de forma homogénea o aleatoria sobre la superficie pétreo. Este tipo de interacción contribuye a evitar cambios bruscos en la porosidad de la roca, minimizando posibles mecanismos de alteración del sustrato.
- La metodología utilizada en este trabajo para evaluar la eficacia consolidante de los tratamientos, presenta ciertas limitaciones en el caso de la toba volcánica seleccionada.
- El consolidante óptimo para el clima tropical subhúmedo Aw' es el producto T-2o. Este tratamiento no modifica la morfología superficial de la roca a nivel microscópico, por lo que la disminución en la porosidad de la roca es muy baja, permitiendo el intercambio de vapor de agua con el ambiente. En esta situación de exposición, la cantidad final de polímero presente en la estructura porosa de la roca es elevada, contribuyendo a mejorar la cohesión de la roca. Además, el tratamiento no provoca cambios cromáticos perceptibles al ojo humano.
- La aplicabilidad del producto T-10P2o es óptima en condiciones del clima templado subhúmedo, donde presenta sus mejores propiedades consolidante e

hidrofugante. Este tratamiento forma aglomerados distribuidos uniformemente sobre la superficie pétreo, que no modifican la morfología superficial de la toba volcánica. En este ambiente climático, el tratamiento no provoca cambios perceptibles de color.

- La eficacia consolidante del producto TS3 varía en función de la humedad relativa ambiental. En condiciones de alta humedad, el gel permanece sin fractura a pesar de su elevado valor de módulo elástico, lo que contribuye a su eficacia consolidante. En esta situación climática, el tratamiento no modifica la morfología superficial de la roca a escala microscópica, y tampoco provoca cambios cromáticos perceptibles.
- El análisis de las propiedades de los geles y de la interacción roca-tratamientos nos permiten inferir la aplicabilidad del producto T-10P2o en el clima tropical subhúmedo Aw. Este gel queda distribuido de forma heterogénea en la superficie de la roca, como se observa en las imágenes obtenidas a 140x mediante Microscopía Estereoscópica. Este tipo de interacción minimiza la posibilidad de cambios bruscos en la porosidad del sustrato y contribuye a que los cambios cromáticos no sean perceptibles.
- Las formulaciones diseñadas en laboratorio han demostrado tener una mejor aplicabilidad que el producto comercial TV100.
- El producto TV100 demuestra tener eficacia hidrofugante en todas las situaciones de exposición, gracias a la capa continua que genera sobre la superficie pétreo.

PERSPECTIVAS A FUTURO

Respecto a la caracterización de los nanomateriales generados en las diferentes situaciones de exposición, es interesante realizar una serie de determinaciones y caracterizaciones de parámetros que ayuden a conocer con más precisión la influencia ambiental sobre algunas propiedades de los geles, por ejemplo, parámetros como los siguientes:

1. Densidades de los geles que permitan estimar sus grados de polimerización.
2. Masas de volúmenes unitarios totales de las estructuras de los geles, incluyendo volúmenes de las partículas individuales y volúmenes de vacíos.
3. Funciones de distribución radial de las redes poliméricas de SiO_2 (Difracción de Rayos X), y coordinaciones de los átomos de silicio en dichas redes (Espectroscopia de Resonancia Magnética Nuclear).
4. Estabilidades térmicas, composiciones y compuestos intermedios de los nanomateriales (Análisis Termogravimétrico).
5. Posibles cambios en los poros interparticulares de los geles, provocados por las diferentes condiciones de exposición (Microscopía Electrónica de Transmisión).
6. Morfologías y tamaños de partícula de los nanomateriales (Microscopía Electrónica de Barrido).
7. Rugosidades superficiales de los geles (Microscopía de Fuerza Atómica).

Referente a las interacciones roca-tratamientos, es conveniente determinar una serie de parámetros que permitan complementar las conclusiones obtenidas en el presente trabajo de investigación. Además, la determinación de estos parámetros y los análisis que a continuación se citan, ampliarían el conocimiento previo exigido antes de cualquier intervención.

1. Coeficientes de difusión al vapor de agua.
2. Porosidades totales de las probetas de roca antes y después de ser tratadas.
3. Profundidades de penetración de los productos.
4. Ensayos de alteración acelerada en laboratorio (durabilidad de los tratamientos).

Referente a las eficacias consolidante e hidrofugante, a continuación se nombran una serie de propiedades que al ser determinadas, complementarían los ensayos de evaluación realizados en el presente trabajo de investigación.

1. Dureza superficial, resistencia a la compresión, a la tracción, a la abrasión, a la perforación, etc. (eficacia consolidante).
2. Coeficiente de absorción de agua por capilaridad (eficacia hidrofugante).

NUEVAS LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN

1. Optimización de las estrategias de síntesis de los productos evaluados en el presente trabajo de investigación, de acuerdo con los ambientes climáticos de intervención.
2. Evaluación de los posibles efectos de contaminantes atmosféricos en los tratamientos basados en alcoxisilanos.
3. Evaluación de productos optimizados en función de los ambientes climáticos de intervención, aplicados en estructuras expuestas a la intemperie.

ANEXOS

A CONTROL DE LA TEMPERATURA Y HUMEDAD RELATIVA (EMCA)

Figura A 1. Control de las condiciones de temperatura y humedad relativa en el clima Aw'.

Figura A 2. Control de las condiciones de temperatura y humedad relativa en el clima Aw.

Figura A 3. Control de las condiciones de temperatura y humedad relativa en el clima Cw₁.

Figura A 4. Control de las condiciones de temperatura y humedad relativa en el clima BS.

Figura A 5. Control de las condiciones de temperatura y humedad relativa en el clima Cw₂.

B DISTRIBUCIONES DE TAMAÑO DE PORO DE LOS NANOMATERIALES (ENSAYOS DE ADSORCIÓN DE NITRÓGENO).

Figura B 1. Distribuciones de tamaño de los geles obtenidos a partir del producto T-2o.

Figura B 2. Distribuciones de tamaño de los geles obtenidos a partir del producto T-4o.

Figura B 3. Distribuciones de tamaño de los geles obtenidos a partir del producto T-10P2o.

Figura B 4. Distribuciones de tamaño de los geles obtenidos a partir del producto TS3.

Figura B 5. Distribuciones de tamaño de los geles obtenidos a partir del producto TV 100.

C PRODUCTOS RECOMENDADOS PARA SU APLICACIÓN DE ACUERDO CON LAS CONDICIONES CLIMÁTICAS.

Tabla C 1 Productos recomendados de acuerdo con el clima de la zona de intervención.

Clima	Producto recomendado
Aw'	T-2o
Aw	T-10P2o
Cw ₁	T-10P2o
BS	*TS3
Cw ₂	TS3

*Se recomienda una determinación previa de las posibles modificaciones en la porosidad y permeabilidad al vapor de agua de la roca.

**D FICHAS TÉCNICAS DE LOS REACTIVOS UTILIZADOS Y DEL
CONSOLIDANTE TEGOVAKON V100**

WACKER® TES 40 WN

ETHYL SILICATES

Product description

WACKER® TES 40 WN is an ethyl silicate providing approximately 41% of silicon dioxide (silica) upon complete hydrolysis.

Properties

WACKER® TES 40 WN contains many hydrolyzable ethoxy groups. For applications in which the inorganic SiO₂ is to be used as a binder, WACKER® TES 40 WN needs to be activated (see processing).

Special features

- storage-stable, low-viscous binder with a high silica content (41% SiO₂, fully hydrolyzed)
- liquid source of silica with a high flash point

Application

WACKER® TES 40 WN is used for the precipitation of silica upon complete hydrolysis. The SiO₂ coating firmly binds inorganic fillers and pigments and adheres well to different inorganic substrates like glass, ceramics or metal. Chemical and mechanical properties of the substrates can be improved by the thin SiO₂ film, which is also highly heat-resistant.

- binder for zinc-rich anti-corrosion paints
- binder for refractory fillers (production of ceramic shells and cores)
- precision casting
- coating material for pigments and fibers
- liquid source of SiO₂ as a (film-forming) binder
- crosslinking agent, e.g. for silicone elastomers
- sol-gel processes

Processing

Hydrolysis of WACKER® TES 40 WN induced by atmospheric humidity is too slow for most moisturecuring applications. It must be activated by:

- partial acid hydrolysis in an alcoholic co-solvent, for example by sulfuric acid
- catalysis, for example amines or titanates

Storage

WACKER® TES 40 WN must be stored in the tightly closed original container under exclusion of moisture.

The "Best use before end" date of each batch is shown on the product label.

Storage beyond the date specified on the label does not necessarily mean that the product is no longer usable. In this case however, the properties required for the intended use must be checked for quality assurance reasons.

Packaging

- 25 kg steel can
- 215 kg steel drum
- further packaging available on request

Safety notes

Comprehensive instructions are given in the corresponding Material Safety Data Sheets. They are available on request from WACKER subsidiaries or may be printed via WACKER web site <http://www.wacker.com>.

Product data

Typical general characteristics	Inspection Method	Value
Appearance		colorless, clear
Color		max. 10 APHA
Density at 20 °C	DIN 51757	1,06 - 1,07 g/cm³
SiO ₂ -content		approx. 41 %
Acidity		max. 10 mg/kg
Hydrolyzable chloride		max. 10 mg/kg
Flash point	DIN 51755	62 °C

These figures are only intended as a guide and should not be used in preparing specifications.

The data presented in this leaflet are in accordance with the present state of our knowledge, but do not absolve the user from carefully checking all supplies immediately on receipt. We reserve the right to alter product constants within the scope of technical progress or new developments. The recommendations made in this leaflet should be checked by preliminary trials because of conditions during processing over which we have no control, especially where other companies' raw materials are also being used. The recommendations do not absolve the user from the obligation of investigating the possibility of infringement of third parties' rights and, if necessary, clarifying the position. Recommendations for use do not constitute a warranty, either express or implied, of the fitness or suitability of the products for a particular purpose.

The management system has been certified according to DIN EN ISO 9001 and DIN EN ISO 14001

WACKER is a trademark of Wacker Chemie AG.

For technical, quality, or product safety questions, please contact:

Wacker Chemie AG
Hanns-Seidel-Platz 4
81737 München, Germany
info.silicones@wacker.com

www.wacker.com

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD

de acuerdo el Reglamento (CE) No. 1907/2006

Fecha de revisión 05.01.2017

Versión 1.2

SECCIÓN 1. Identificación de la sustancia o la mezcla y de la sociedad o la empresa

1.1 Identificador del producto

Artículo número	800658
Denominación	Tetraetilo ortosilicato para síntesis
Número de registro REACH	No hay disponible un número de registro para esta sustancia, ya que la sustancia o su uso están exentos del registro; según el artículo 2 del Reglamento REACH (CE) núm. 1097/2006, el tonelaje anual no requiere registro o dicho registro está previsto para una fecha posterior.
No. CAS	78-10-4

1.2 Usos pertinentes identificados de la sustancia o de la mezcla y usos desaconsejados

Usos identificados	Producto químico para síntesis Para informaciones adicionales a usos refiérase al portal Merck Chemicals (www.merckgroup.com ; for USA/Canada www.emdgroup.com).
--------------------	---

1.3 Datos del proveedor de la ficha de datos de seguridad

Compañía	Merck KGaA * 64271 Darmstadt * Alemania * Tel: +49 6151 72-0
Departamento Responsable	Servicio al cliente: Tel 01 (55) 21 22 1708
Representante regional	Merck, S.A de C.V Calle 5 No. 7 C.P.53370 Naucalpan de Juárez, Edo. de México, México. Teléfono (55)-2122-1600, Fax (55)-2122-1703.

1.4 Teléfono de emergencia

CARE
(55)-91-18-65-84
Centro de atención y respuesta a emergencias
(55)-21-22-16-59
SETIQ 01-800-00-214-00

SECCIÓN 2. Identificación de los peligros

2.1 Clasificación de la sustancia o de la mezcla

Clasificación (REGLAMENTO (CE) No 1272/2008)

Líquido inflamable, Categoría 3, H226

Toxicidad aguda, Categoría 4, Inhalación, H332

Irritación ocular, Categoría 2, H319

Toxicidad específica en determinados órganos - exposición única, Categoría 3, Sistema respiratorio, H335

Para el texto íntegro de las Declaraciones-H mencionadas en esta sección, véase la Sección 16.

2.2 Elementos de la etiqueta

Etiquetado (REGLAMENTO (CE) No 1272/2008)

Pictogramas de peligro

Palabra de advertencia

Atención

Indicaciones de peligro

H226 Líquidos y vapores inflamables.

H319 Provoca irritación ocular grave.

H332 Nocivo en caso de inhalación.

H335 Puede irritar las vías respiratorias.

Consejos de prudencia

Prevención

P210 Mantener alejado de fuentes de calor.

Intervención

P305 + P351 + P338 EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando.

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD
de acuerdo el Reglamento (CE) No. 1907/2006

Artículo número 800658
Denominación Tetraetilo ortosilicato para síntesis

Etiquetado reducido (≤ 125 ml)

Pictogramas de peligro

Palabra de advertencia

Atención

No. CAS 78-10-4

2.3 Otros peligros

Ninguno conocido.

SECCIÓN 3. Composición/información sobre los componentes

3.1 Sustancia

Formula	$(C_2H_5O)_4Si$	$C_8H_{20}O_4Si$ (Hill)
No. CE	201-083-8	
Masa molar	208,33 g/mol	

Componentes peligrosos (REGLAMENTO (CE) No 1272/2008)

Nombre químico (Concentración)

No. CAS	Número de registro	Clasificación
---------	--------------------	---------------

Silicato de tetraetilo (≤ 100 %)

La sustancia no cumple los criterios de PBT o mPmB según el Reglamento (CE) núm. 1907/2006, anexo XIII.

78-10-4	*)	
---------	----	--

Líquido inflamable, Categoría 3, H226

Toxicidad aguda, Categoría 4, H332

Irritación ocular, Categoría 2, H319

Toxicidad específica en determinados órganos - exposición
única, Categoría 3, H335

*) No hay disponible un número de registro para esta sustancia, ya que la sustancia o su uso están exentos del registro; según el artículo 2 del Reglamento REACH (CE) núm. 1097/2006, el tonelaje anual no requiere registro o dicho registro está previsto para una fecha posterior.

Para el texto íntegro de las Declaraciones-H mencionadas en esta sección, véase la Sección 16.

3.2 Mezcla

No aplicable

Artículo número	800658
Denominación	Tetraetilo ortosilicato para síntesis

SECCIÓN 4. Primeros auxilios

4.1 Descripción de los primeros auxilios

Tras inhalación: aire fresco. En caso de parada respiratoria: Respiración asistida o por medios instrumentales. ¡Suministración de oxígeno en caso necesario! Llamar inmediatamente al médico.

En caso de contacto con la piel: Quitar inmediatamente todas las prendas contaminadas. Aclararse la piel con agua/ ducharse.

Tras contacto con los ojos: aclarar con abundante agua. Consultar al oftalmólogo. Retirar las lentillas.

Tras ingestión: hacer beber agua inmediatamente (máximo 2 vasos). Consultar a un médico.

4.2 Principales síntomas y efectos, agudos y retardados

efectos irritantes, Tos, Insuficiencia respiratoria, Cansancio, narcosis

4.3 Indicación de toda atención médica y de los tratamientos especiales que deban dispensarse inmediatamente

No hay información disponible.

SECCIÓN 5. Medidas de lucha contra incendios

5.1 Medios de extinción

Medios de extinción apropiados

Dióxido de carbono (CO₂), Espuma, Polvo seco

Medios de extinción no apropiados

No existen limitaciones de agentes extinguidores para esta sustancia/mezcla.

5.2 Peligros específicos derivados de la sustancia o la mezcla

Inflamable.

En caso de calentamiento pueden producirse mezclas explosivas con el aire.

Prestar atención al retorno de la llama.

Los vapores son más pesados que el aire y pueden expandirse a lo largo del suelo.

En caso de incendio posible formación de gases de combustión o vapores peligrosos.

5.3 Recomendaciones para el personal de lucha contra incendios

Artículo número	800658
Denominación	Tetraetilo ortosilicato para síntesis

Equipo de protección especial para el personal de lucha contra incendios

En caso de fuego, protéjase con un equipo respiratorio autónomo.

Otros datos

Separar el recipiente de la zona de peligro y refrigerarlo con agua. Reprimir los gases/vapores/neblinas con agua pulverizada. Impedir la contaminación de las aguas superficiales o subterráneas por el agua que ha servido a la extinción de incendios.

SECCIÓN 6. Medidas en caso de vertido accidental

6.1 Precauciones personales, equipo de protección y procedimientos de emergencia

Indicaciones para el personal que no forma parte de los servicios de emergencia: No respirar los vapores, aerosoles. Evitar el contacto con la sustancia. Asegúrese una ventilación apropiada. Manténgase alejado del calor y de las fuentes de ignición. Evacúe el área de peligro, respete los procedimientos de emergencia, consulte con expertos.

Consejos para el personal de emergencia:

Equipo protector véase sección 8.

6.2 Precauciones relativas al medio ambiente

No dejar que el producto entre en el sistema de alcantarillado. Riesgo de explosión.

6.3 Métodos y material de contención y de limpieza

Cubra las alcantarillas. Recoja, una y aspire los derrames.

Observe posibles restricciones de materiales (véanse indicaciones en las secciones 7 o 10).

Recoger con materiales absorbentes, p. ej. con Chemizorb®. Proceder a la eliminación de los residuos. Aclarar.

6.4 Referencia a otras secciones

Para indicaciones sobre el tratamiento de residuos, véase sección 13.

SECCIÓN 7. Manipulación y almacenamiento

7.1 Precauciones para una manipulación segura

Consejos para una manipulación segura

Observar las indicaciones de la etiqueta.

Trabajar bajo campana extractora. No inhalar la sustancia/la mezcla. Evítese la generación de vapores/aerosoles.

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD
de acuerdo el Reglamento (CE) No. 1907/2006

Artículo número	800658
Denominación	Tetraetilo ortosilicato para síntesis

Indicaciones para la protección contra incendio y explosión

Mantener apartado de las llamas abiertas, de las superficies calientes y de los focos de ignición.
Tomar medidas de precaución contra descargas electrostáticas.

Medidas de higiene

Sustituir la ropa contaminada. Es recomendable una protección preventiva de la piel. Lavar las manos al término del trabajo.

7.2 Condiciones de almacenamiento seguro, incluidas posibles incompatibilidades

Condiciones de almacenamiento

Conservar el envase herméticamente cerrado en un lugar seco y bien ventilado. Manténgase alejado del calor y de las fuentes de ignición.

Temperatura de almacenaje recomendada indicada en la etiqueta del producto.

7.3 Usos específicos finales

Fuera de los usos indicados en la sección 1.2 no se previenen aplicaciones finales adicionales.

SECCIÓN 8. Controles de exposición/protección individual

8.1 Parámetros de control

Silicato de tetraetilo (78-10-4)

MX OEL	Límite máximo permisible de exposición promedio ponderado en tiempo	10 ppm
--------	--	--------

8.2 Controles de la exposición

Disposiciones de ingeniería

Medidas técnicas y observación de métodos adecuados de trabajo tienen prioridad ante el uso de equipos de protección personal.

Véase sección 7.1.

Medidas de protección individual

Los tipos de auxiliares para protección del cuerpo deben elegirse específicamente según el puesto de trabajo en función de la concentración y cantidad de la sustancia peligrosa.

Debería aclararse con el suministrador la estabilidad de los medios protectores frente a los productos químicos.

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD
de acuerdo el Reglamento (CE) No. 1907/2006

Artículo número	800658
Denominación	Tetraetilo ortosilicato para síntesis

Protección de los ojos / la cara

Gafas de seguridad

Protección de las manos

Sumerción:

Material del guante:	Caucho nitrilo
Espesor del guante:	0,40 mm
tiempo de penetración:	> 480 min

Salpicaduras:

Material del guante:	Policloropreno
Espesor del guante:	0,65 mm
tiempo de penetración:	> 240 min

Los guantes de protección indicados deben cumplir con las especificaciones de la Directiva 89/686/EEC y con su norma resultante EN374, por ejemplo KCL 730 Camatril® -Velours (Sumerción), KCL 720 Camapren® (Salpicaduras).

Los tiempos de ruptura mencionados anteriormente han sido determinados con muestras de material de los tipos de guantes recomendados en mediciones de laboratorio de KCL según EN374.

Esta recomendación solo es válida para el producto mencionado en la ficha de datos de seguridad, suministrado por nosotros y para el fin indicado. Al disolver o mezclar en otras sustancias y cuando las condiciones difieran de las indicadas en EN374, debe dirigirse al suministrador de guantes con distintivo CE (por ejem. KCL GmbH, D-36124 Eichenzell, Internet: www.kcl.de)

Otras medidas de protección

Vestimenta protectora antiestática retardante de la flama.

Protección respiratoria

necesaria en presencia de vapores/aerosoles.

Tipo de Filtro recomendado: filtro ABEK

El empresario debe garantizar que el mantenimiento, la limpieza y la prueba técnica de los protectores respiratorios se hagan según las instrucciones del productor de las mismas. Éstas medidas deben ser documentadas debidamente.

Controles de exposición medioambiental

No dejar que el producto entre en el sistema de alcantarillado.

Riesgo de explosión.

Artículo número	800658
Denominación	Tetraetilo ortosilicato para síntesis

SECCIÓN 9. Propiedades físicas y químicas

9.1 Información sobre propiedades físicas y químicas básicas

Forma	líquido
Color	incolore
Olor	débil olor característico
Umbral olfativo	No hay información disponible.
pH	a 20 °C No aplicable
Punto de fusión	-85,5 °C
Punto /intervalo de ebullición	168,0 °C a 1.013 hPa
Punto de inflamación	aprox. 45 °C Método: c.c.
Tasa de evaporación	No hay información disponible.
Inflamabilidad (sólido, gas)	No aplicable
Límite de explosión, inferior	1,3 %(v)
Límite de explosión, superior	23 %(v)
Presión de vapor	2 hPa a 20 °C
Densidad relativa del vapor	7,22
Densidad	0,94 g/cm ³ a 20 °C

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD
de acuerdo el Reglamento (CE) No. 1907/2006

Artículo número	800658
Denominación	Tetraetilo ortosilicato para síntesis

Densidad relativa	No hay información disponible.
Solubilidad en agua	a 20 °C insoluble, (lenta descomposición)
Coefficiente de reparto n-octanol/agua	No hay información disponible.
Temperatura de auto-inflamación	No hay información disponible.
Temperatura de descomposición	No hay información disponible.
Viscosidad, dinámica	0,65 mPa.s a 25 °C
Propiedades explosivas	No clasificado/a como explosivo/a.
Propiedades comburentes	ningún

9.2 Otros datos

Temperatura de ignición	230 °C
-------------------------	--------

SECCIÓN 10. Estabilidad y reactividad

10.1 Reactividad

se hidroliza

Las mezclas vapor/agua son explosivas con un calentamiento intenso.

10.2 Estabilidad química

sensible a la humedad

10.3 Posibilidad de reacciones peligrosas

Posibles reacciones violentas con:

Agentes oxidantes fuertes, Ácidos fuertes, Metales alcalinos, Metales alcalinotérreos

10.4 Condiciones que deben evitarse

Exposición a la humedad.

Calentamiento.

Artículo número	800658
Denominación	Tetraetilo ortosilicato para síntesis

10.5 Materiales incompatibles

goma, plásticos diversos

10.6 Productos de descomposición peligrosos

información no disponible

SECCIÓN 11. Información toxicológica

11.1 Información sobre los efectos toxicológicos

Toxicidad oral aguda

DL50 Rata: 6.270 mg/kg

(RTECS)

Síntomas: Irritaciones de las mucosas en la boca, garganta, esófago y tracto estomago-intestinal.

Toxicidad aguda por inhalación

Síntomas: irritación de las mucosas, Tos, Insuficiencia respiratoria, Su inhalación puede producir edemas en el tracto respiratorio., Consecuencias posibles:, perjudica las vias respiratorias

Toxicidad cutánea aguda

DL50 Conejo: 5.860 mg/kg

(RTECS)

Irritación de la piel

Esta información no está disponible.

Irritación ocular

Provoca irritación ocular grave.

Sensibilización

Esta información no está disponible.

Mutagenicidad en células germinales

Esta información no está disponible.

Carcinogenicidad

Esta información no está disponible.

Toxicidad para la reproducción

Esta información no está disponible.

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD
de acuerdo el Reglamento (CE) No. 1907/2006

Artículo número	800658
Denominación	Tetraetilo ortosilicato para síntesis

Teratogenicidad

Esta información no está disponible.

Toxicidad específica en determinados órganos - exposición única

Puede irritar las vías respiratorias.

Toxicidad específica en determinados órganos - exposiciones repetidas

Esta información no está disponible.

Peligro de aspiración

Esta información no está disponible.

11.2 Otros datos

Efectos sistémicos:

Tras ingestión de grandes cantidades:

Cansancio, narcosis

Perjudicial para:

Riñón

Las otras propiedades peligrosas no pueden ser excluidas.

Manipular con las precauciones de higiene industrial adecuadas, y respetar las prácticas de seguridad.

SECCIÓN 12. Información ecológica

12.1 Toxicidad

Toxicidad para las dafnias y otros invertebrados acuáticos

CE50 *Daphnia magna* (Pulga de mar grande): > 844 mg/l; 48 h

(Hommel)

Toxicidad para las bacterias

EC10 *Pseudomonas putida*: > 2 mg/l; 5 h

(Hommel)

12.2 Persistencia y degradabilidad

Biodegradabilidad

98 %

OECD TG 301A

Fácilmente biodegradable.

12.3 Potencial de bioacumulación

No hay información disponible.

12.4 Movilidad en el suelo

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD
de acuerdo el Reglamento (CE) No. 1907/2006

Artículo número	800658
Denominación	Tetraetilo ortosilicato para síntesis

No hay información disponible.

12.5 Resultados de la valoración PBT y mPmB

La sustancia no cumple los criterios de PBT o mPmB según el Reglamento (CE) núm. 1907/2006, anexo XIII.

12.6 Otros efectos adversos

Información ecológica complementaria

La descarga en el ambiente debe ser evitada.

SECCIÓN 13. Consideraciones relativas a la eliminación

Métodos para el tratamiento de residuos

Los residuos deben eliminarse de acuerdo con normativas locales y nacionales. Deje los productos químicos en sus recipientes originales. No los mezcle con otros residuos. Maneje los recipientes sucios como el propio producto.

Consulte en www.retrologistik.com sobre procesos relativos a la devolución de productos químicos o recipientes, o contáctenos si tiene más preguntas.

SECCIÓN 14. Información relativa al transporte

Transporte por carretera (ADR/RID)

14.1 Número ONU	UN 1292
14.2 Designación oficial de transporte de las Naciones Unidas	Silicato de tetraetilo
14.3 Clase	3
14.4 Grupo de embalaje	III
14.5 Peligrosas ambientalmente	--
14.6 Precauciones particulares para los usuarios	si
Código de restricciones en túneles	D/E

Transporte fluvial (ADN)

No relevante

Transporte aéreo (IATA)

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD
de acuerdo el Reglamento (CE) No. 1907/2006

Artículo número	800658
Denominación	Tetraetilo ortosilicato para síntesis

14.1 Número ONU	UN 1292
14.2 Designación oficial de transporte de las Naciones Unidas	TETRAETHYL SILICATE
14.3 Clase	3
14.4 Grupo de embalaje	III
14.5 Peligrosas ambientalmente	--
14.6 Precauciones particulares para los usuarios	no

Transporte marítimo (IMDG)

14.1 Número ONU	UN 1292
14.2 Designación oficial de transporte de las Naciones Unidas	TETRAETHYL SILICATE
14.3 Clase	3
14.4 Grupo de embalaje	III
14.5 Peligrosas ambientalmente	--
14.6 Precauciones particulares para los usuarios	si

EmS F-E S-D

14.7 Transporte a granel con arreglo al anexo II del Convenio Marpol 73/78 y del Código IBC
No relevante

SECCIÓN 15. Información reglamentaria

15.1 Reglamentación y legislación en materia de seguridad, salud y medio ambiente específicas para la sustancia o la mezcla

Legislación nacional

Clase de almacenamiento 3

15.2 Evaluación de la seguridad química

Para éste producto no se realizo una valoración de la seguridad química.

Artículo número	800658
Denominación	Tetraetilo ortosilicato para síntesis

SECCIÓN 16. Otra información

Texto íntegro de las Declaraciones-H referidas en las secciones 2 y 3.

H226	Líquidos y vapores inflamables.
H319	Provoca irritación ocular grave.
H332	Nocivo en caso de inhalación.
H335	Puede irritar las vías respiratorias.

Consejos relativos a la formación

Debe disponer a los trabajadores la información y la formación práctica suficientes.

Etiquetado

Pictogramas de peligro

Palabra de advertencia

Atención

Indicaciones de peligro

H226 Líquidos y vapores inflamables.
H319 Provoca irritación ocular grave.
H332 Nocivo en caso de inhalación.
H335 Puede irritar las vías respiratorias.

Consejos de prudencia

Prevención

P210 Mantener alejado de fuentes de calor.

Intervención

P305 + P351 + P338 EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando.

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD
de acuerdo el Reglamento (CE) No. 1907/2006

Artículo número	800658
Denominación	Tetraetilo ortosilicato para síntesis

Una explicación de las abreviaturas y los acrónimos utilizados en la ficha de datos de seguridad
Puede consultar las abreviaturas y acrónimos utilizados en www.wikipedia.org.

Los datos suministrados en ésta ficha de seguridad se basan a nuestro actual conocimiento. Describen tan sólo las medidas de seguridad en el manejo de éste producto y no representan una garantía sobre las propiedades descritas del mismo.

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD

Versión 5.2

Fecha de revisión 06/26/2014

Fecha de impresión 07/24/2017

1. IDENTIFICACIÓN DEL PRODUCTO Y DE LA COMPAÑÍA

1.1 Identificadores del producto

Nombre del producto : Poly(dimethylsiloxane), bis(hydroxyalkyl) terminated

Referencia : 481246

Marca : Aldrich

No. CAS : 156327-07-0

1.2 Usos pertinentes identificados de la sustancia o de la mezcla y usos desaconsejados

Usos identificados : Reactivos para laboratorio, Fabricación de sustancias

1.3 Datos del proveedor de la ficha de datos de seguridad

Compañía : Sigma-Aldrich Quimica, S. de R.L. de C.V.
Parque Industrial Toluca 2000
Calle 6 Norte No. 107
50200 TOLUCA
MEXICO

Teléfono : +52 (0)1-800-007-5300

Fax : +52 (0)1-800-712-9920

1.4 Teléfono de emergencia

Teléfono de Urgencia :

2. IDENTIFICACIÓN DE LOS PELIGROS

2.1 Clasificación de la sustancia o de la mezcla

No es una sustancia o mezcla peligrosa.

2.2 Elementos de las etiquetas del SGA, incluidos los consejos de prudencia

No es una sustancia o mezcla peligrosa.

2.3 Peligros no clasificados de otra manera - ninguno(a)

3. COMPOSICIÓN/INFORMACIÓN SOBRE LOS COMPONENTES

3.1 Sustancias

No. CAS : 156327-07-0

Ningún ingrediente peligroso de acuerdo con el Estándar de Comunicación de Riesgos de OSHA 29CFR 19101200.
Según la normativa aplicable no es necesario divulgar ninguno de los componentes.

4. PRIMEROS AUXILIOS

4.1 Descripción de los primeros auxilios

Si es inhalado

Si aspiró, mueva la persona al aire fresco. Si ha parado de respirar, hacer la respiración artificial.

En caso de contacto con la piel

Eliminar lavando con jabón y mucha agua.

En caso de contacto con los ojos

Lavarse abundantemente los ojos con agua como medida de precaución.

Si es tragado

Nunca debe administrarse nada por la boca a una persona inconsciente. Enjuague la boca con agua.

4.2 Principales síntomas y efectos, agudos y retardados

Los síntomas y efectos más importantes conocidos se describen en la etiqueta (ver sección 2.2) y / o en la sección 11

4.3 Indicación de toda atención médica y de los tratamientos especiales que deban dispensarse inmediatamente sin datos disponibles

5. MEDIDAS DE LUCHA CONTRA INCENDIOS**5.1 Medios de extinción****Medios de extinción apropiados**

Usar agua pulverizada, espuma resistente al alcohol, polvo seco o dióxido de carbono.

5.2 Peligros específicos derivados de la sustancia o la mezcla

Óxidos de carbono, óxidos de silicio

5.3 Recomendaciones para el personal de lucha contra incendios

Si es necesario, usar equipo de respiración autónomo para la lucha contra el fuego.

5.4 Otros datos

sin datos disponibles

6. MEDIDAS EN CASO DE VERTIDO ACCIDENTAL**6.1 Precauciones personales, equipo de protección y procedimientos de emergencia**

Evitar respirar los vapores, la neblina o el gas.

Equipo de protección individual, ver sección 8.

6.2 Precauciones relativas al medio ambiente

No dejar que el producto entre en el sistema de alcantarillado.

6.3 Métodos y material de contención y de limpieza

Guardar en contenedores apropiados y cerrados para su eliminación.

6.4 Referencia a otras secciones

Para eliminación de desechos ver sección 13.

7. MANIPULACIÓN Y ALMACENAMIENTO**7.1 Precauciones para una manipulación segura**

Disposiciones normales de protección preventivas de incendio.

Ver precauciones en la sección 2.2

7.2 Condiciones de almacenamiento seguro, incluidas posibles incompatibilidades

Conservar el envase herméticamente cerrado en un lugar seco y bien ventilado. Los contenedores que se abren deben volverse a cerrar cuidadosamente y mantener en posición vertical para evitar pérdidas.

7.3 Usos específicos finales

Aparte de los usos mencionados en la sección 1.2 no se estipulan otros usos específicos

8. CONTROLES DE EXPOSICIÓN/ PROTECCIÓN INDIVIDUAL**8.1 Parámetros de control**

Componentes con valores límite ambientales de exposición profesional.

No contiene sustancias con valores límites de exposición profesional.

8.2 Controles de la exposición**Controles técnicos apropiados**

Procedimiento general de higiene industrial.

Protección personal**Protección de los ojos/ la cara**

Use equipo de protección para los ojos probado y aprobado según las normas gubernamentales correspondientes, tales como NIOSH (EE.UU.) o EN 166 (UE).

Protección de la piel

Manipular con guantes. Los guantes deben ser inspeccionados antes de su uso. Utilice la técnica correcta de quitarse los guantes (sin tocar la superficie exterior del guante) para evitar el contacto de la piel con este producto. Deseche los guantes contaminados después de su uso, de conformidad con las leyes aplicables y buenas prácticas de laboratorio. Lavar y secar las manos.

Protección Corporal

indumentaria impermeable, El tipo de equipamiento de protección debe ser elegido según la concentración y la cantidad de sustancia peligrosa al lugar específico de trabajo.

Protección respiratoria

No se requiere protección respiratoria. Para exposiciones molestas use cartuchos de respirador de tipo OV / AG (EE.UU.) o ABEK (UE EN 14387). Usar respiradores y componentes testados y aprobados bajo los estándares gubernamentales apropiados como NIOSH (EEUU) o CEN (UE)

Control de exposición ambiental

No dejar que el producto entre en el sistema de alcantarillado.

9. PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS**9.1 Información sobre propiedades físicas y químicas básicas**

a) Aspecto	Forma: líquido
b) Olor	sin datos disponibles
c) Umbral olfativo	sin datos disponibles
d) pH	sin datos disponibles
e) Punto de fusión/ punto de congelación	sin datos disponibles
f) Punto inicial de ebullición e intervalo de ebullición	sin datos disponibles
g) Punto de inflamación	sin datos disponibles
h) Tasa de evaporación	sin datos disponibles
i) Inflamabilidad (sólido, gas)	sin datos disponibles
j) Inflamabilidad superior/inferior o límites explosivos	sin datos disponibles
k) Presión de vapor	sin datos disponibles
l) Densidad de vapor	sin datos disponibles
m) Densidad relativa	sin datos disponibles
n) Solubilidad en agua	sin datos disponibles
o) Coeficiente de reparto n-octanol/agua	sin datos disponibles
p) Temperatura de auto-inflamación	sin datos disponibles
q) Temperatura de descomposición	sin datos disponibles
r) Viscosidad	sin datos disponibles
s) Propiedades explosivas	sin datos disponibles
t) Propiedades comburentes	sin datos disponibles

9.2 Otra información de seguridad

sin datos disponibles

10. ESTABILIDAD Y REACTIVIDAD

- 10.1 Reactividad**
sin datos disponibles
- 10.2 Estabilidad química**
Estable bajo las condiciones de almacenamiento recomendadas.
- 10.3 Posibilidad de reacciones peligrosas**
sin datos disponibles
- 10.4 Condiciones que deben evitarse**
sin datos disponibles
- 10.5 Materiales incompatibles**
Agentes oxidantes fuertes
- 10.6 Productos de descomposición peligrosos**
Otros productos de descomposición peligrosos - sin datos disponibles
En caso de incendio: véase sección 5

11. INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA

11.1 Información sobre los efectos toxicológicos

Toxicidad aguda

sin datos disponibles

Inhalación: sin datos disponibles

Cutáneo: sin datos disponibles

sin datos disponibles

Corrosión o irritación cutáneas

sin datos disponibles

Lesiones o irritación ocular graves

sin datos disponibles

Sensibilización respiratoria o cutánea

sin datos disponibles

Mutagenicidad en células germinales

sin datos disponibles

Carcinogenicidad

IARC: No component of this product present at levels greater than or equal to 0.1% is identified as probable, possible or confirmed human carcinogen by IARC.

ACGIH: No se identifica ningún componente de este producto, que presente niveles mayores que o el igual a 0,1% como cancerígeno o como carcinógeno potencial por la ACGIH.

NTP: En este producto no se identifica ningún componente, que presente niveles mayores que o iguales a 0.1%, como agente carcinógeno conocido o anticipado por el (NTP) Programa Nacional de Toxicología.

OSHA: No se identifica ningún componente de este producto, que presente niveles mayores que o el igual a 0,1% como cancerígeno o como carcinógeno potencial por la (OSHA) Administración de Salud y Seguridad Ocupacional.

Toxicidad para la reproducción

sin datos disponibles

sin datos disponibles

Toxicidad específica en determinados órganos - exposición única

sin datos disponibles

Toxicidad específica en determinados órganos - exposiciones repetidas
sin datos disponibles

Peligro de aspiración
sin datos disponibles

Información Adicional
RTECS: sin datos disponibles

12. INFORMACIÓN ECOLÓGICA

12.1 Toxicidad
sin datos disponibles

12.2 Persistencia y degradabilidad
sin datos disponibles

12.3 Potencial de bioacumulación
sin datos disponibles

12.4 Movilidad en el suelo
sin datos disponibles

12.5 Resultados de la valoración PBT y mPmB
La valoración de PBT / mPmB no está disponible ya que la evaluación de la seguridad química no es necesaria / no se ha realizado

12.6 Otros efectos adversos
sin datos disponibles

13. CONSIDERACIONES RELATIVAS A LA ELIMINACIÓN

13.1 Métodos para el tratamiento de residuos

Producto
Ofertar el sobrante y las soluciones no-aprovechables a una compañía de vertidos acreditada.

Envases contaminados
Eliminar como producto no usado.

14. INFORMACIÓN RELATIVA AL TRANSPORTE

DOT (US)
Mercancía no peligrosa

IMDG
Mercancía no peligrosa

IATA
Mercancía no peligrosa

15. INFORMACIÓN REGLAMENTARIA

SARA 302 Componentes
SARA 302: Este material no contiene productos químicos sujetos a los requisitos reportados por SARA Título III, sección 302.

SARA 313 Componentes
SARA 313: Este material no contiene ningún componente químico con los conocidos números CAS que exceden el umbral de los niveles reportados (De Minimis) establecidos por SARA título III, sección 313.

SARA 311/312 Peligros
No son peligros según la legislación americana SARA

Massachusetts Right To Know Componentes
No hay componentes sujetos al Acta de Derecho a Saber de Massachussets.

Pennsylvania Right To Know Componentes

Poly(dimethylsiloxane), bis(hydroxyalkyl) terminated

No. CAS
156327-07-0

Fecha de revisión

New Jersey Right To Know Componentes

Poly(dimethylsiloxane), bis(hydroxyalkyl) terminated

No. CAS
156327-07-0

Fecha de revisión

Prop. 65 de California Componentes

Este producto no contiene ninguna sustancia química conocida para el de Estado de California que pueden causar cáncer, defectos de nacimiento, o cualquier otro daño reproductivo.

16. OTRA INFORMACIÓN

Clasificación HMIS/NFPA

Peligro para la salud: 0

Peligro Crónico para la
Salud:

Inflamabilidad: 0

Peligro Físico 0

Clasificación NFPA

Peligro para la salud: 0

Peligro de Incendio: 0

Peligro de Reactividad: 0

Otros datos

Copyright 2014 Sigma-Aldrich Co. LLC. Se autoriza la reproducción en número ilimitado de copias para uso exclusivamente interno.

La información indicada arriba se considera correcta pero no pretende ser exhaustiva y deberá utilizarse únicamente como orientación. La información contenida en este documento esta basada en el presente estado de nuestro conocimiento y es aplicable a las precauciones de seguridad apropiadas para el producto. No representa ninguna garantía de las propiedades del producto. La Corporación Sigma-Aldrich y sus Compañías Afiliadas, no responderán por ningún daño resultante de la manipulación o contacto con el producto indicado arriba. Dirijase a www.sigma-aldrich.com y/o a los términos y condiciones de venta en el reverso de la factura o de la nota de entrega.

Información suministrada por

Corporación Sigma-Aldrich
Product Safety – Americas Region
1-800-521-8956

Versión: 5.2

Fecha de revisión:
06/26/2014

Fecha de impresión:
07/24/2017

1. IDENTIFICACIÓN DEL PRODUCTO Y DE LA COMPAÑÍA

1.1 Identificadores del producto

Nombre del producto : Octilamina

Referencia : O5802

Marca : Aldrich

No. CAS : 111-86-4

1.2 Usos pertinentes identificados de la sustancia o de la mezcla y usos desaconsejados

Usos identificados : Reactivos para laboratorio, Síntesis de sustancias

1.3 Datos del proveedor de la ficha de datos de seguridad

Compañía : Sigma-Aldrich Quimica, S. de R.L. de C.V.
 Parque Industrial Toluca 2000
 Calle 6 Norte No. 107
 50200 TOLUCA
 MEXICO

Teléfono : +52 (0)1-800-007-5300

Fax : +52 (0)1-800-712-9920

1.4 Teléfono de emergencia

Teléfono de Urgencia :

2. IDENTIFICACIÓN DE LOS PELIGROS

2.1 Clasificación de la sustancia o de la mezcla

Clasificación SGA de acuerdo con 29 CFR 1910 (OSHA HCS).

Líquidos inflamables (Categoría 3), H226

Toxicidad aguda, Oral (Categoría 3), H301

Toxicidad aguda, Inhalación (Categoría 4), H332

Toxicidad aguda, Cutáneo (Categoría 3), H311

Corrosión cutáneas (Categoría 1A), H314

Lesiones oculares graves (Categoría 1), H318

Toxicidad específica en determinados órganos - exposición única (Categoría 3), Sistema respiratorio, H335

Toxicidad acuática aguda (Categoría 1), H400

Toxicidad acuática crónica (Categoría 2), H411

Para el texto integro de las Declaraciones-H mencionadas en esta sección, véase la Sección 16.

2.2 Elementos de las etiquetas del SGA, incluidos los consejos de prudencia

Pictograma

Palabra de advertencia

Peligro

Indicación(es) de peligro

H226

Líquidos y vapores inflamables.

H301 + H311

Tóxico en caso de ingestión o en contacto con la piel

H314

Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves.

H318

Provoca lesiones oculares graves.

H332

Nocivo en caso de inhalación.

H335	Puede irritar las vías respiratorias.
H400	Muy tóxico para los organismos acuáticos.
H411	Tóxico para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.
Declaración(es) de prudencia	
P210	Mantener alejado de fuentes de calor, chispas, llama abierta o superficies calientes. - No fumar.
P233	Mantener el recipiente herméticamente cerrado.
P240	Conectar a tierra/enlace equipotencial del recipiente y del equipo de recepción.
P241	Utilizar un material eléctrico, de ventilación o de iluminación/ antideflagrante.
P242	Utilizar únicamente herramientas que no produzcan chispas.
P243	Tomar medidas de precaución contra descargas electrostáticas.
P261	Evitar respirar el polvo/ el humo/ el gas/ la niebla/ los vapores/ el aerosol.
P264	Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación.
P270	No comer, beber ni fumar durante su utilización.
P271	Utilizar únicamente en exteriores o en un lugar bien ventilado.
P273	Evitar su liberación al medio ambiente.
P280	Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección.
P301 + P310 + P330	EN CASO DE INGESTIÓN: Llamar inmediatamente a un CENTRO DE INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA o a un médico. Enjuagarse la boca.
P301 + P330 + P331	EN CASO DE INGESTIÓN: Enjuagarse la boca. NO provocar el vómito.
P303 + P361 + P353	EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitar inmediatamente todas las prendas contaminadas. Aclararse la piel con agua/ ducharse.
P304 + P340 + P310	EN CASO DE INHALACIÓN: Transportar a la persona al aire libre y mantenerla en una posición que le facilite la respiración. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE TOXICOLOGÍA o a un médico.
P305 + P351 + P338 + P310	EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE INFORMACION TOXICOLOGICA o a un médico.
P362	Quitarse las prendas contaminadas y lavarlas antes de volver a usarlas.
P370 + P378	En caso de incendio: Utilizar arena seca, producto químico seco o espuma resistente al alcohol para la extinción.
P391	Recoger el vertido.
P403 + P233	Almacenar en un lugar bien ventilado. Mantener el recipiente cerrado herméticamente.
P403 + P235	Almacenar en un lugar bien ventilado. Mantener en lugar fresco.
P405	Guardar bajo llave.
P501	Eliminar el contenido/ el recipiente en una planta de eliminación de residuos autorizada.

2.3 Peligros no clasificados de otra manera - ninguno(a)

3. COMPOSICIÓN/INFORMACIÓN SOBRE LOS COMPONENTES

3.1 Sustancias

Sinónimos : 1-Aminooctane
Caprylamine
n-Octylamine

Formula : C₈H₁₉N
Peso molecular : 129.24 g/mol
No. CAS : 111-86-4
No. CE : 203-916-0

Componentes peligrosos

Componente	Clasificación	Concentración
------------	---------------	---------------

Octylamine		
	Flam. Liq. 3; Acute Tox. 3; Acute Tox. 4; Acute Tox. 3; Skin Corr. 1A; Eye Dam. 1; STOT SE 3; Aquatic Acute 1; Aquatic Chronic 2; H226, H301 + H311, H314, H318, H332, H335, H400, H411	<= 100 %

Para el texto integro de las Declaraciones-H mencionadas en esta sección, véase la Sección 16.

4. PRIMEROS AUXILIOS

4.1 Descripción de los primeros auxilios

Recomendaciones generales

Consultar a un médico. Mostrar esta ficha de seguridad al doctor que esté de servicio. Retire a la persona de la zona peligrosa.

Si es inhalado

Si aspiró, mueva la persona al aire fresco. Si ha parado de respirar, hacer la respiración artificial. Consultar a un médico.

En caso de contacto con la piel

Quítese inmediatamente la ropa y zapatos contaminados. Eliminar lavando con jabón y mucha agua. Llevar al afectado en seguida a un hospital. Consultar a un médico.

En caso de contacto con los ojos

Lávese a fondo con agua abundante durante 15 minutos por lo menos y consulte al médico. Continuar lavando los ojos durante el transporte al hospital.

Si es tragado

No provocar el vómito. Nunca debe administrarse nada por la boca a una persona inconsciente. Enjuague la boca con agua. Consultar a un médico.

4.2 Principales síntomas y efectos, agudos y retardados

Los síntomas y efectos más importantes conocidos se describen en la etiqueta (ver sección 2.2) y / o en la sección 11

4.3 Indicación de toda atención médica y de los tratamientos especiales que deban dispensarse inmediatamente

Sin datos disponibles

5. MEDIDAS DE LUCHA CONTRA INCENDIOS

5.1 Medios de extinción

Medios de extinción apropiados

Usar agua pulverizada, espuma resistente al alcohol, polvo seco o dióxido de carbono.

5.2 Peligros específicos derivados de la sustancia o la mezcla

Óxidos de carbono, Óxidos de nitrógeno (NOx)

5.3 Recomendaciones para el personal de lucha contra incendios

Si es necesario, usar equipo de respiración autónomo para la lucha contra el fuego.

5.4 Otros datos

El agua pulverizada puede ser utilizada para enfriar los contenedores cerrados.

6. MEDIDAS EN CASO DE VERTIDO ACCIDENTAL

6.1 Precauciones personales, equipo de protección y procedimientos de emergencia

Usar protección respiratoria. Evitar respirar los vapores, la neblina o el gas. Asegúrese una ventilación apropiada. Retirar todas las fuentes de ignición. Evacuar el personal a zonas seguras. Tener cuidado con los vapores que se acumulan formando así concentraciones explosivas. Los vapores pueden acumularse en las zonas inferiores. Equipo de protección individual, ver sección 8.

6.2 Precauciones relativas al medio ambiente

Impedir nuevos escapes o derrames si puede hacerse sin riesgos. No dejar que el producto entre en el sistema de alcantarillado. La descarga en el ambiente debe ser evitada.

6.3 Métodos y material de contención y de limpieza

Contener y recoger el derrame con un aspirador aislado de la electricidad o cepillándolo, y meterlo en un envase para su eliminación de acuerdo con las reglamentaciones locales (ver sección 13).

6.4 Referencia a otras secciones

Para eliminación de desechos ver sección 13.

7. MANIPULACIÓN Y ALMACENAMIENTO

7.1 Precauciones para una manipulación segura

Evítese el contacto con los ojos y la piel. Evitar la inhalación de vapor o neblina.

Conservar alejado de toda llama o fuente de chispas - No fumar. Tomar medidas para impedir la acumulación de descargas electrostáticas.

Ver precauciones en la sección 2.2

7.2 Condiciones de almacenamiento seguro, incluidas posibles incompatibilidades

Conservar el envase herméticamente cerrado en un lugar seco y bien ventilado. Los contenedores que se abren deben volverse a cerrar cuidadosamente y mantener en posición vertical para evitar pérdidas.

Clase alemán de almacenamiento (TRGS 510): Líquidos inflamables

7.3 Usos específicos finales

Aparte de los usos mencionados en la sección 1.2 no se estipulan otros usos específicos

8. CONTROLES DE EXPOSICIÓN/ PROTECCIÓN INDIVIDUAL

8.1 Parámetros de control

Componentes con valores límite ambientales de exposición profesional.

No contiene sustancias con valores límites de exposición profesional.

8.2 Controles de la exposición

Controles técnicos apropiados

Evitar el contacto con la piel, ojos y ropa. Lávense las manos antes de los descansos e inmediatamente después de manipular la sustancia.

Protección personal

Protección de los ojos/ la cara

Gafas de seguridad ajustadas al contorno del rostro. Visera protectora (mínimo 20 cm). Use equipo de protección para los ojos probado y aprobado según las normas gubernamentales correspondientes, tales como NIOSH (EE.UU.) o EN 166 (UE).

Protección de la piel

Manipular con guantes. Los guantes deben ser inspeccionados antes de su uso. Utilice la técnica correcta de quitarse los guantes (sin tocar la superficie exterior del guante) para evitar el contacto de la piel con este producto. Deseche los guantes contaminados después de su uso, de conformidad con las leyes aplicables y buenas prácticas de laboratorio. Lavar y secar las manos.

Salpicaduras

Material: Caucho fluorado

espesura mínima de capa: 0.7 mm

tiempo de penetración: 120 min

Material probado: Vitoject® (KCL 890 / Aldrich Z677698, Talla M)

origen de datos: KCL GmbH, D-36124 Eichenzell, Teléfono +49 (0)6659 87300, e-mail sales@kcl.de, Método de prueba: EN374

Si es utilizado en solución, o mezclado con otras sustancias, y bajo condiciones diferentes de la EN 374, ponerse en contacto con el proveedor de los guantes aprobados CE. Esta recomendación es meramente aconsejable y deberá ser evaluada por un responsable de seguridad e higiene industrial familiarizado con la situación específica de uso previsto por nuestros clientes. No debe interpretarse como una aprobación de oferta para cualquier escenario de uso específico.

Protección Corporal

Traje de protección completo contra productos químicos, Vestimenta protectora antiestática retardante de la flama., El tipo de equipamiento de protección debe ser elegido según la concentración y la cantidad de sustancia peligrosa al lugar específico de trabajo.

Protección respiratoria

Donde el asesoramiento de riesgo muestre que los respiradores purificadores de aire son apropiados, usar un respirador que cubra toda la cara con combinación multi-proposito (EEUU) o tipo ABEK (EN 14387) respiradores de cartucho de respuesto para controles de ingeniería. Si el respirador es la única protección, usar un respirador suministrado que cubra toda la cara Usar respiradores y componentes testados y aprobados bajo los estándares gubernamentales apropiados como NIOSH (EEUU) o CEN (UE)

Control de exposición ambiental

Impedir nuevos escapes o derrames si puede hacerse sin riesgos. No dejar que el producto entre en el sistema de alcantarillado. La descarga en el ambiente debe ser evitada.

9. PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS

9.1 Información sobre propiedades físicas y químicas básicas

a) Aspecto	Forma: claro, líquido Color: incoloro
b) Olor	Sin datos disponibles
c) Umbral olfativo	Sin datos disponibles
d) pH	11.8 a 25 °C (77 °F) - DIN 19268
e) Punto de fusión/ punto de congelación	Punto/intervalo de fusión: -5 - -1 °C (23 - 30 °F) - lit.
f) Punto inicial de ebullición e intervalo de ebullición	175 - 177 °C (347 - 351 °F) - lit.
g) Punto de inflamación	60 °C (140 °F) - copa cerrada
h) Tasa de evaporación	Sin datos disponibles
i) Inflamabilidad (sólido, gas)	Sin datos disponibles
j) Inflamabilidad superior/inferior o límites explosivos	Límites superior de explosividad: 8.2 %(V) Límites inferior de explosividad: 1.6 %(V)
k) Presión de vapor	0.81 hPa (0.61 mmHg) a 20 °C (68 °F)
l) Densidad de vapor	Sin datos disponibles
m) Densidad relativa	0.782 g/cm ³ a 25 °C (77 °F)
n) Solubilidad en agua	0.32 g/l a 20 °C (68 °F) - parcialmente soluble
o) Coeficiente de reparto n-octanol/agua	log Pow: 2.9
p) Temperatura de auto-inflamación	275 °C (527 °F) a 1,019 hPa (764 mmHg)
q) Temperatura de descomposición	Sin datos disponibles
r) Viscosidad	Sin datos disponibles
s) Propiedades explosivas	Sin datos disponibles
t) Propiedades comburentes	Sin datos disponibles

9.2 Otra información de seguridad

Tensión superficial	44.2 mN/m a 20 °C (68 °F)
---------------------	---------------------------

10. ESTABILIDAD Y REACTIVIDAD

10.1 Reactividad

Sin datos disponibles

- 10.2 Estabilidad química**
Estable bajo las condiciones de almacenamiento recomendadas.
- 10.3 Posibilidad de reacciones peligrosas**
Sin datos disponibles
- 10.4 Condiciones que deben evitarse**
Calor, llamas y chispas.
- 10.5 Materiales incompatibles**
Agentes oxidantes fuertes, Ácidos fuertes, Cloruros de ácido, Anhídridos de ácido
- 10.6 Productos de descomposición peligrosos**
Otros productos de descomposición peligrosos - Sin datos disponibles
En caso de incendio: véase sección 5

11. INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA

11.1 Información sobre los efectos toxicológicos

Toxicidad aguda

DL50 Oral - Rata - machos y hembras - < 200 mg/kg
(Directrices de ensayo 401 del OECD)

CL50 Inhalación - Rata - machos y hembras - 4 h - 1.6 mg/l
(Directrices de ensayo 403 del OECD)

DL50 Cutáneo - Conejo - > 200 - < 2,000 mg/kg

DL50 Intraperitoneal - Ratón - 100 mg/kg

DL50 Intravenoso - Ratón - 18 mg/kg

Corrosión o irritación cutáneas

Piel - Conejo

Resultado: Provoca quemaduras graves.
(Directrices de ensayo 404 del OECD)

Lesiones o irritación ocular graves

Ojos - Conejo

Resultado: Corrosivo para los ojos - 24 h
(Directrices de ensayo 405 del OECD)

Sensibilización respiratoria o cutánea

Sin datos disponibles

Mutagenicidad en células germinales

Sin datos disponibles

Prueba de Ames

Salmonella typhimurium

Resultado: negativo

Directrices de ensayo 474 del OECD

Ratón - macho

Resultado: negativo

Carcinogenicidad

IARC: No component of this product present at levels greater than or equal to 0.1% is identified as probable, possible or confirmed human carcinogen by IARC.

ACGIH: No se identifica ningún componente de este producto, que presente niveles mayores que o el igual a 0,1% como cancerígeno o como carcinógeno potencial por la ACGIH.

NTP: En este producto no se identifica ningún componente, que presente niveles mayores que o iguales a 0.1%, como agente carcinógeno conocido o anticipado por el (NTP) Programa Nacional de Toxicología.

OSHA: No se identifica ningún componente de este producto, que presente niveles mayores que o el igual a 0,1% como cancerígeno o como carcinógeno potencial por la (OSHA) Administración

Toxicidad para la reproducción

Sin datos disponibles

Sin datos disponibles

Toxicidad específica en determinados órganos - exposición única

Puede irritar las vías respiratorias.

Toxicidad específica en determinados órganos - exposiciones repetidas

Sin datos disponibles

Peligro de aspiración

Sin datos disponibles

Información Adicional

RTECS: RG8050000

quemazón, Tos, sibilancia, laringitis, Insuficiencia respiratoria, espasmo, inflamación y edema de la laringe, espasmo, inflamación y edema de los bronquios, neumonitis, edema pulmonar, El producto causa severa destrucción de los tejidos de las membranas mucosas, el tracto respiratorio superior, los ojos y la piel., Según nuestras informaciones, creemos que no se han investigado adecuadamente las propiedades químicas, físicas y toxicológicas.

12. INFORMACIÓN ECOLÓGICA

12.1 Toxicidad

Toxicidad para los peces Ensayo dinámico CL50 - Pimephales promelas (Piscardo de cabeza gorda) - 5.19 mg/l - 96 h
(Directrices de ensayo 203 del OECD)

Toxicidad para las dafnias y otros invertebrados acuáticos Ensayo semiestático CE50 - Daphnia magna (Pulga de mar grande) - 1.9 mg/l - 48 h

Toxicidad para las algas Ensayo estático CE50 - Desmodesmus subspicatus (Alga) - 0.23 mg/l - 72 h
(Ensayado según la Directiva 92/69/CEE.)

12.2 Persistencia y degradabilidad

Biodegradabilidad Resultado: 97 % - Fácilmente biodegradable.

12.3 Potencial de bioacumulación

No debe bioacumularse.

12.4 Movilidad en el suelo

Sin datos disponibles

12.5 Resultados de la valoración PBT y mPmB

La valoración de PBT / mPmB no está disponible ya que la evaluación de la seguridad química no es necesaria / no se ha realizado

12.6 Otros efectos adversos

No se puede excluir un peligro para el medio ambiente en el caso de una manipulación o eliminación no profesional.
Muy tóxico para los organismos acuáticos.

13. CONSIDERACIONES RELATIVAS A LA ELIMINACIÓN

13.1 Métodos para el tratamiento de residuos

Producto

Quemar en un incinerador apto para productos químicos provisto de postquemador y lavador, procediendo con gran cuidado en la ignición ya que este producto es extremadamente inflamable. Ofertar el sobrante y las soluciones no-aprovechables a una compañía de vertidos acreditada. Para la eliminación de este producto, dirigirse a un servicio profesional autorizado.

Envases contaminados

Eliminar como producto no usado.

14. INFORMACIÓN RELATIVA AL TRANSPORTE

DOT (US)

Número ONU: 2734 Clase: 8 (3) Grupo de embalaje: I
Designación oficial de transporte de las Naciones Unidas: Amines, liquid, corrosive, flammable n.o.s. (Octylamine)
Cantidad Reportable (RQ):

Riesgo de intoxicación por inhalación: No

IMDG

Número ONU: 2734 Clase: 8 (3) Grupo de embalaje: I EMS-No: F-E, S-C
Designación oficial de transporte de las Naciones Unidas: AMINES, LIQUID, CORROSIVE, FLAMMABLE, N.O.S. (Octylamine)
Contaminante marino: no

IATA

Número ONU: 2734 Clase: 8 (3) Grupo de embalaje: I
Designación oficial de transporte de las Naciones Unidas: Aminas líquidas, corrosivas, inflamables, n.e.p. (Octylamine)

15. INFORMACIÓN REGLAMENTARIA

SARA 302 Componentes

Este material no contiene productos químicos sujetos a los requisitos reportados por SARA Título III, sección 302.

SARA 313 Componentes

Este material no contiene ningún componente químico con los conocidos números CAS que exceden el umbral de los niveles reportados (De Minimis) establecidos por SARA título III, sección 313.

SARA 311/312 Peligros

Peligro de Incendio, Peligro Agudo para la Salud

Massachusetts Right To Know Componentes

	No. CAS	Fecha de revisión
Octylamine	111-86-4	1993-04-24

Pennsylvania Right To Know Componentes

	No. CAS	Fecha de revisión
Octylamine	111-86-4	1993-04-24

New Jersey Right To Know Componentes

	No. CAS	Fecha de revisión
Octylamine	111-86-4	1993-04-24

Prop. 65 de California Componentes

Este producto no contiene ninguna sustancia química conocida para el de Estado de California que pueden causar cáncer, defectos de nacimiento, o cualquier otro daño reproductivo.

16. OTRA INFORMACIÓN

Texto íntegro de las Declaraciones-H referidas en las secciones 2 y 3.

Acute Tox.	Toxicidad aguda
Aquatic Acute	Toxicidad acuática aguda
Aquatic Chronic	Toxicidad acuática crónica
Eye Dam.	Lesiones oculares graves
Flam. Liq.	Líquidos inflamables
H226	Líquidos y vapores inflamables.
H301	Tóxico en caso de ingestión.
H301 + H311	Tóxico en caso de ingestión o en contacto con la piel
H311	Tóxico en contacto con la piel.
H314	Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves.
H318	Provoca lesiones oculares graves.
H332	Nocivo en caso de inhalación.

H335 Puede irritar las vías respiratorias.
H400 Muy tóxico para los organismos acuáticos.
H411 Tóxico para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.

Clasificación HMIS/NFPA

Peligro para la salud: 3
Peligro Crónico para la Salud:
Inflamabilidad: 2
Peligro Físico 0

Clasificación NFPA

Peligro para la salud: 3
Peligro de Incendio: 2
Peligro de Reactividad: 0

Otros datos

Copyright 2015 Sigma-Aldrich Co. LLC. Se autoriza la reproducción en número ilimitado de copias para uso exclusivamente interno.

La información indicada arriba se considera correcta pero no pretende ser exhaustiva y deberá utilizarse únicamente como orientación. La información contenida en este documento esta basada en el presente estado de nuestro conocimiento y es aplicable a las precauciones de seguridad apropiadas para el producto. No representa ninguna garantía de las propiedades del producto. La Corporación Sigma-Aldrich y sus Compañías Afiliadas, no responderán por ningún daño resultante de la manipulación o contacto con el producto indicado arriba. Dirijase a www.sigma-aldrich.com y/o a los términos y condiciones de venta en el reverso de la factura o de la nota de entrega.

Información suministrada por

Corporación Sigma-Aldrich
Product Safety – Americas Region
1-800-521-8956

Versión: 4.6

Fecha de revisión:
08/31/2015

Fecha de impresión:
07/24/2017

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD (EC 1907/2006)

TEGOVAKON V 100

Versión: 4.0 / ES
Fecha de revisión: 04.05.2017
Fecha de creación: 12.12.2013
reemplaza la versión: 3.3
Página: 1 / 11

VA-Nr

SECCIÓN 1. Identificación de la sustancia o la mezcla y de la sociedad o la empresa**1.1. Identificador del producto**

Nombre comercial : TEGOVAKON V 100
Nombre químico : Preparation based on a silicic acid ester

1.2. Usos pertinentes identificados de la sustancia o de la mezcla y usos desaconsejados

Usos pertinentes identificados : Aditivos para la construcción

Usos desaconsejados : Ninguna conocida.

1.3. Datos del proveedor de la ficha de datos de seguridad

Compañía : Evonik Nutrition & Care GmbH
Goldschmidtstr. 100
D-45127 Essen

Teléfono : +49 (0)201 173-01

Telefax : +49 (0)201 173-3000

Correo electrónico : productsafety-cs@evonik.com

1.4. Teléfono de emergencia

+49 (0)2365 49-2232 (TUIS - Servicio de intérprete disponible)

+49 (0)2365 49-4423 (TUIS - Fax)

SECCIÓN 2. Identificación de los peligros**2.1. Clasificación de la sustancia o de la mezcla**

Clasificación conforme al reglamento (CE) No. 1272/2008 [CLP].

||| Irritación ocular

Categoría 2

H319

2.2. Elementos de la etiqueta

||| Símbolo(s)

||| Palabra de señalización

: Atención

||| Advertencia de peligro

: H319 - Provoca irritación ocular grave.

||| Consejos de prudencia
(Prevención)

: P262 - Evitar el contacto con los ojos, la piel o la ropa.
P280 - Llevar gafas/ máscara de protección.

||| Consejos de prudencia
(Respuesta)

: P305 + P351 + P338 - EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando.
P337 + P313 - Si persiste la irritación ocular: Consultar a un médico.

2.3. Otros peligros

ninguno conocido

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD (EC 1907/2006)

TEGOVAKON V 100

Versión: 4.0 / ES
Fecha de revisión: 04.05.2017
Fecha de creación: 12.12.2013
reemplaza la versión: 3.3
Página: 2 / 11

VA-Nr

SECCIÓN 3. Composición/información sobre los componentes

Preparation based on a silicic acid ester

3.1. Sustancias

-

3.2. Mezclas

Información sobre los componentes / Componentes peligrosos conforme al Reglamento EU-CLP (CE) N° 1272/2008

Nombre químico	No. CAS No. CE No. REACH	Concentración	Clasificación
ortosilicato de tetraetilo	78-10-4 201-083-8 — 01-2119496195-28	>= 10 % - < 20 %	Flam. Liq., 3, H226 Acute Tox., 4, H332, inhalación STOT SE, 3, H335 Eye Irrit., 2, H319
Diocetyl tin dilaurate	3648-18-8 222-883-3 —	>= 1 % - < 2,5 %	Repr., 2, H361fd STOT RE, 2, H373, oral Aquatic Chronic, 3, H412

Textos de las frases H, véase capítulo 16

SECCIÓN 4. Primeros auxilios**4.1. Descripción de los primeros auxilios**

Consejo general : Quitar inmediatamente toda la ropa ensudada y/o empapada.

Inhalación : Procurar aire fresco.
Si se sienten molestias, acudir al médico.

Contacto con la piel : En caso de contacto con la piel, lavar con agua y jabón.
Si persisten los síntomas de irritación, acudir al médico.

Contacto con los ojos : Lavar cuidadosamente y a fondo con agua abundante y consultar al médico.

Ingestión : Enjuagar la boca profundamente con agua.
Consultar al médico y mostrándole el envase o la etiqueta.

4.2. Principales síntomas y efectos, agudos y retardados

Síntomas : Irritación ocular

4.3. Indicación de toda atención médica y de los tratamientos especiales que deban dispensarse inmediatamente

Tratamiento sintomático.

SECCIÓN 5. Medidas de lucha contra incendios**5.1. Medios de extinción**

Medios de extinción adecuados : espuma, dióxido de carbono, polvo extintor, agua pulverizada.

Medios de extinción no apropiados : Chorro de agua

5.2. Peligros específicos derivados de la sustancia o la mezcla

En caso de incendio puede(n) desprenderse:
Monóxido de carbono, dióxido de carbono, dióxido de silicio
Bajo determinadas condiciones de combustión no pueden excluirse trazas de otras sustancias tóxicas.

5.3. Recomendaciones para el personal de lucha contra incendios

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD (EC 1907/2006)

TEGOVAKON V 100

Versión: 4.0 / ES VA-Nr
Fecha de revisión: 04.05.2017
Fecha de creación: 12.12.2013
reemplaza la versión: 3.3
Página: 3 / 11

No respirar los gases de la explosión y/o combustión.
Utilizar aparato respiratorio autónomo.

SECCIÓN 6. Medidas en caso de vertido accidental**6.1. Precauciones personales, equipo de protección y procedimientos de emergencia**

Llevar equipo de protección personal.
Mantener alejado fuentes de ignición.
Procurar ventilación suficiente.

6.2. Precauciones relativas al medio ambiente

Evitar que penetre en el subsuelo o la tierra.
Evitar que penetre en el alcantarillado o aguas superficiales.

6.3. Métodos y material de contención y de limpieza

Absorber con material ligante para líquidos (p.ej. arena, tierra de infusorios, ligante de ácidos, ligante universal, serrín).
Eliminar el material recogido de forma reglamentaria.

6.4. Referencia a otras secciones

Para obtener más información sobre el control de la exposición y eliminación de residuos, véanse las secciones 8 y 13.

SECCIÓN 7. Manipulación y almacenamiento**7.1. Precauciones para una manipulación segura**

Consejos para una manipulación segura : Procurar buena ventilación de los locales; según el caso, instalar aspiración localizada en el lugar de trabajo.
Al pulverizar, proteger las vías respiratorias.

Medidas de higiene : No fumar ni comer o beber durante el trabajo.
Lavarse las manos antes de los descansos y después del trabajo.
Quitarse inmediatamente la ropa manchada o empapada.

Medidas generales de protección : No respirar los gases/vapores/aerosoles.
Evitar el contacto con los ojos y la piel.

7.2. Condiciones de almacenamiento seguro, incluidas posibles incompatibilidades**Prevención de incendios y explosiones**

Advertencias : Mantener alejado de fuentes de ignición - no fumar.
Con el aire los vapores pueden formar mezclas explosivas.
Tomar medidas contra cargas electrostáticas.
Refrigerar con agua los envases en peligro.

Almacenamiento

Advertencias : ninguno(a)

Información complementaria sobre las condiciones de almacenamiento : Mantener los recipientes secos y herméticamente cerrados y guardarlos en un sitio fresco y bien ventilado.
Proteger del agua y de la humedad del aire.

7.3. Usos específicos finales

No hay recomendaciones adicionales.

SECCIÓN 8. Controles de exposición/protección individual**8.1. Parámetros de control****Límite(s) de exposición**

Ingredientes	No. CAS	Base legal/lista (Puesto al día)	Tipo de valor (Forma de exposición; Expresado como)	Valor	Valor a corto plazo

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD (EC 1907/2006)

TEGOVAKON V 100

Versión: 4.0 / ES
Fecha de revisión: 04.05.2017
Fecha de creación: 12.12.2013
reemplaza la versión: 3.3
Página: 4 / 11

VA-Nr

ortosilicato de tetraetilo	78-10-4	VLA (ES) (2014)	---	10 ppm 87 mg/m3	
Diocetyl tin dilaurate	3648-18-8	VLA (ES) (2014)	---	0,2 mg/m3	
		VLA (ES) (2014)	---	0,1 mg/m3	
		VLA (ES) (2014)	---		
	Puede ser absorbido por la piel.				

DNEL**: ortosilicato de tetraetilo**

Uso final: Trabajadores

Vías de exposición: Inhalación

Posibles daños a la salud: A largo plazo - efectos sistémicos

Dosis: 85 mg/m3

ECHA

Uso final: Trabajadores

Vías de exposición: Inhalación

Posibles daños a la salud: A largo plazo - efectos locales

Dosis: 85 mg/m3

ECHA

Uso final: Trabajadores

Vías de exposición: Contacto con la piel

Posibles daños a la salud: A largo plazo - efectos sistémicos

Dosis: 56 mg/kg Peso corporal/día

ECHA

Uso final: Consumidores

Vías de exposición: Inhalación

Posibles daños a la salud: A largo plazo - efectos sistémicos

Dosis: 14 mg/m3

ECHA

Uso final: Consumidores

Vías de exposición: Inhalación

Posibles daños a la salud: A largo plazo - efectos locales

Dosis: 14 mg/m3

ECHA

Uso final: Consumidores

Vías de exposición: Contacto con la piel

Posibles daños a la salud: A largo plazo - efectos sistémicos

Dosis: 3 mg/kg Peso corporal/día

ECHA

Diocetyl tin dilaurate

Uso final: Trabajadores

Vías de exposición: Inhalación

Posibles daños a la salud: A largo plazo - efectos sistémicos

Dosis: 0,0035 mg/m3

ECHA

Uso final: Consumidores

Vías de exposición: Inhalación

Posibles daños a la salud: A largo plazo - efectos sistémicos

Dosis: 0,0009 mg/m3

ECHA

Uso final: Consumidores

Vías de exposición: Ingestión

Posibles daños a la salud: A largo plazo - efectos sistémicos

Dosis: 0,00005 mg/kg Peso corporal/día

ECHA

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD (EC 1907/2006)

TEGOVAKON V 100

Versión: 4.0 / ES
Fecha de revisión: 04.05.2017
Fecha de creación: 12.12.2013
reemplaza la versión: 3.3
Página: 5 / 11

VA-Nr

PNEC

: ortosilicato de tetraetilo
Compartimento del medio ambiente: Agua dulce
Dosis: 0,19 mg/l
Compartimento del medio ambiente: Agua de mar
Dosis: 0,019 mg/l
Compartimento del medio ambiente: Liberación esporádica
Dosis: 10 mg/l
Compartimento del medio ambiente: Instalación de depuración de aguas residuales
Dosis: 4000 mg/l
Compartimento del medio ambiente: Sedimento de agua dulce
Dosis: 0,83 mg/kg peso del material seco
Compartimento del medio ambiente: Sedimento marino
Dosis: 0,083 mg/kg peso del material seco
Compartimento del medio ambiente: Suelo/tierra
Dosis: 0,05 mg/kg peso del material seco
Diocetyl tin dilaurate
Compartimento del medio ambiente: Agua dulce
Dosis: 0,0018 µg/l
Compartimento del medio ambiente: Agua de mar
Dosis: 0,00018 µg/l
Compartimento del medio ambiente: Liberación esporádica
Dosis: 0,018 µg/l
Compartimento del medio ambiente: Instalación de depuración de aguas residuales
Dosis: 100 mg/l
Compartimento del medio ambiente: Sedimento de agua dulce
Dosis: 0,02798 mg/kg peso del material seco
Compartimento del medio ambiente: Sedimento de agua dulce
Dosis: 0,002798 mg/kg peso del material seco
Compartimento del medio ambiente: Suelo/tierra
Dosis: 0,005593 mg/kg peso del material seco
Compartimento del medio ambiente: Oral (envenenamiento secundario)
Dosis: 0,02 mg/kg de Dietético

8.2. Controles de la exposición

Protección de los ojos : Gafas protectoras
Protección de las manos : Guantes de butilo (IIR)
Los guantes de protección a usar deben cumplir las especificaciones de la Directiva CE 89/686/CEE y de la norma resultante EN374.
Deberán considerarse de manera separada las situaciones específicas en el puesto de trabajo.
Protección Corporal : Ropa protectora
Protección respiratoria : En caso de formación de vapores/aerosols:
Durante corto tiempo puede usarse equipo respiratorio con filtro A/P2.

SECCIÓN 9. Propiedades físicas y químicas**9.1. Información sobre propiedades físicas y químicas básicas**

Estado físico : líquido
Estado físico : líquido
Color : claro

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD (EC 1907/2006)

TEGOVAKON V 100

Versión: 4.0 / ES
Fecha de revisión: 04.05.2017
Fecha de creación: 12.12.2013
reemplaza la versión: 3.3
Página: 6 / 11

VA-Nr

Olor	: específico
Umbral olfativo	: no determinado
pH	: (valor) no determinado
Punto de fusión	: no determinado
Punto de ebullición	: no determinado
Punto de ignición	: 64 °C Método: DIN EN ISO 2719
Índice de evaporación	: no determinado
Inflamabilidad	: No se dispone de datos
Límite superior de explosión/inflamabilidad	: no determinado
Límite de explosión, inferior	: no determinado
Presión de vapor	: no determinado
Densidad relativa del vapor	: no determinado
Densidad relativa	: sin datos disponibles
Solubilidad(es)	: no determinado
Hidrosolubilidad	: El producto no es solubleEl producto reacciona con agua.
Coefficiente de reparto n-octanol/agua	: no determinado
Temperatura de autoignición	: no determinado
Descomposición térmica	: no determinado
Viscosidad, cinemática	: aprox. 20 mm ² /s (23 °C) Método: DIN EN 535 (4 mm)
Viscosidad, dinámica	: (valor) no determinado
Propiedades explosivas	: no determinado
Propiedades comburentes	: no comburente
Densidad	: 1,06 g/cm ³ (25 °C)

9.2. Otra información

Corrosión del metal	: No es corrosivo para los metales.
Temperatura de ignición	: no determinado

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD (EC 1907/2006)

TEGOVAKON V 100

Versión: 4.0 / ES VA-Nr
Fecha de revisión: 04.05.2017
Fecha de creación: 12.12.2013
reemplaza la versión: 3.3
Página: 7 / 11

SECCIÓN 10. Estabilidad y reactividad

10.1. Reactividad

ver sección "Posibilidad de reacciones peligrosas"

10.2. Estabilidad química

El producto es estable bajo condiciones normales.

10.3. Posibilidad de reacciones peligrosas

Reacciones con agua.
Desprendimiento de calor.

10.4. Condiciones que deben evitarse

Desconocido

10.5. Materiales incompatibles

Desconocido

10.6. Productos de descomposición peligrosos

En contacto con la humedad, posible formación de alcohol por hidrólisis.
Productos de descomposición determinantes del peligro:
Etanol

SECCIÓN 11. Información toxicológica

11.1. Información sobre los efectos toxicológicos

Toxicidad aguda (oral) : No se dispone de datos

Toxicidad aguda (inhalación) : Estimación de la toxicidad aguda

Duración de la exposición: 4 h
Atmósfera de prueba.: polvo/niebla
Dosis: > 5 mg/l
Método: Método de cálculo

Estimación de la toxicidad aguda

Duración de la exposición: 4 h
Atmósfera de prueba.: polvo/niebla
Dosis: > 5 mg/l
Método: Método de cálculo

Toxicidad aguda (cutánea) : No se dispone de datos

Corrosión / irritación de la piel : No se dispone de datos

Lesiones oculares graves /
Irritación ocular : No se dispone de datos

Sensibilización respiratoria o
cutánea : No se dispone de datos

Toxicidad con dosis repetidas : No se dispone de datos

Valoración de la CMR

Carcinogenicidad : sin datos disponibles

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD (EC 1907/2006)

TEGOVAKON V 100

Versión: 4.0 / ES
Fecha de revisión: 04.05.2017
Fecha de creación: 12.12.2013
reemplaza la versión: 3.3
Página: 8 / 11

VA-Nr

Mutagenicidad : No se dispone de datos

Teratogenicidad : sin datos disponibles

Toxicidad para la reproducción : sin datos disponibles

Toxicidad específica en determinados órganos (exposición única) : No se dispone de datos

Toxicidad específica en determinados órganos (exposiciones repetidas) : No se dispone de datos

Peligro por aspiración : Ninguna clasificación de toxicidad por aspiración

Otra información : Provoca irritación ocular grave.

SECCIÓN 12. Información ecológica**Estimación de la toxicología medioambiental**

Peligros agudos para el medio ambiente acuático : sin datos disponibles

Peligros crónicos para el medio ambiente acuático : sin datos disponibles

12.1. Toxicidad

Toxicidad acuática, peces : sin datos disponibles

Toxicidad acuática, invertebrados : sin datos disponibles

Toxicidad acuática, algas/plantas acuáticas : sin datos disponibles

Toxicidad, microorganismos : sin datos disponibles

Toxicidad crónica peces : sin datos disponibles

Toxicidad crónica de invertebrados acuáticos : sin datos disponibles

Toxicidad organismos terrestres : sin datos disponibles

Toxicidad plantas terrestres : sin datos disponibles

Toxicidad para los organismos sobre el suelo : sin datos disponibles

12.2. Persistencia y degradabilidad

Fotodegradación : sin datos disponibles

Degradabilidad biológica : sin datos disponibles

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD (EC 1907/2006)

TEGOVAKON V 100

Versión: 4.0 / ES
Fecha de revisión: 04.05.2017
Fecha de creación: 12.12.2013
reemplaza la versión: 3.3
Página: 9 / 11

VA-Nr

Eliminación fisicoquímica : sin datos disponibles

Demanda bioquímica de oxígeno (DBO) : sin datos disponibles

Demanda química de oxígeno (DQO) : sin datos disponibles

Relación BOD/COD : sin datos disponibles

Carbono orgánico disuelto (COD) : sin datos disponibles

Halógenos ligados orgánicos absorbidos (AOX) : sin datos disponibles

Distribución entre compartimentos medioambientales : sin datos disponibles

12.3. Potencial de bioacumulación

Bioacumulación : sin datos disponibles

12.4. Movilidad en el suelo

Distribución ambiental : sin datos disponibles

12.5. Resultados de la valoración PBT y mPmB

Valoración PBT y MPMB : Esta sustancia/mezcla no contiene componentes que se consideren que sean bioacumulativos y tóxicos persistentes (PBT) o muy bioacumulativos y muy persistentes (vPvB) a niveles del 0,1% o superiores.

12.6. Otros efectos adversos

Información general : El producto se considera contaminante del agua (clase de riesgo para las aguas 2 - RFA).
Impedir que el producto penetre en el terreno, aguas o alcantarillado.

SECCIÓN 13. Consideraciones relativas a la eliminación**13.1. Métodos para el tratamiento de residuos**

Producto : Bajo observación de las normas locales en vigor debe ser llevado a una incineradora para residuos especiales.

Envases contaminados : Al entregar envases vacíos sucios para su utilización o eliminación, se debe advertir del posible peligro.

SECCIÓN 14. Información relativa al transporte

Producto no peligroso según los criterios de la reglamentación del transporte.

14.1. Número ONU: --

14.2. Designación oficial de transporte de las Naciones Unidas: --

14.3. Clase(s) de peligro para el transporte: --

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD (EC 1907/2006)

TEGOVAKON V 100

Versión: 4.0 / ES VA-Nr
Fecha de revisión: 04.05.2017
Fecha de creación: 12.12.2013
reemplaza la versión: 3.3
Página: 10 / 11

- 14.4. Grupo de embalaje: --
14.5. Peligros para el medio ambiente: --
14.6. Precauciones particulares para los usuarios: S

For USA only: This product is not regulated in packages < 119 gallons / 450 L. In bulk packages this products is a Combustible Liquid, NA1993.

SECCIÓN 15. Información reglamentaria**15.1. Reglamentación y legislación en materia de seguridad, salud y medio ambiente específicas para la sustancia o la mezcla****Legislación nacional**

Instrucciones técnicas sobre la calidad del aire : Párrafo 5.2.5 Clase I
Legislación de Peligro de Accidente Importante Alemán : no aplicable
Clase de contaminante del agua (Alemania) : contamina el agua
Clasificación según VwVwS (RFA)

15.2. Evaluación de la seguridad química

Evaluación de la seguridad química : Para este producto no se llevó a cabo la evaluación de la seguridad química.

SECCIÓN 16. Otra información**Lista de referencias**

Otra Información : Deberán respetarse las especificaciones nacionales para instruir a los empleados.

Clasificación y procedimiento aplicado para la derivación de la clasificación de mezclas conforme al reglamento europeo (CE) No 1272/2008 (CLP)

Clasificación	Procedimiento de clasificación
Eye Irrit., 2, H319	Método de cálculo

Frases H relevantes del capítulo 3

H226 : Líquidos y vapores inflamables.
H319 : Provoca irritación ocular grave.
H332 : Nocivo en caso de inhalación.
H335 : Puede irritar las vías respiratorias.
H361fd : Se sospecha que perjudica a la fertilidad. Se sospecha que daña al feto.
H373 : Puede provocar daños en los órganos tras exposiciones prolongadas o repetidas en caso de ingestión.
H412 : Nocivo para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.

Los cambios desde la última versión serán destacados en la margen. Esta versión reemplaza todas las versiones anteriores.

Esta información y cualquier asesoramiento técnico posterior se basan en nuestros conocimientos y experiencia actuales. Sin embargo, no conlleva obligación alguna ni responsabilidad legal por nuestra parte, incluso en lo que respecta a los derechos de propiedad intelectual existentes de terceros, sobre todo derechos de patentes. En concreto, no se prevé ni sobreentiende ninguna garantía explícita o implícita, así como ninguna garantía sobre las propiedades del producto en el sentido legal. Nos reservamos el derecho de realizar cambios en función de la evolución tecnológica u otros avances. El cliente no está eximido de su obligación de inspeccionar y comprobar cuidadosamente los bienes entrantes. El funcionamiento del producto descrito en este documento deberá ser verificado mediante pruebas, que deberán ser realizadas únicamente por expertos cualificados bajo la responsabilidad exclusiva del cliente. Las alusiones a nombres comerciales empleados por otras compañías no constituyen una recomendación, ni significan que no puedan emplearse productos similares.

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD (EC 1907/2006)

TEGOVAKON V 100

Versión: 4.0 / ES VA-Nr
Fecha de revisión: 04.05.2017
Fecha de creación: 12.12.2013
reemplaza la versión: 3.3
Página: 11 / 11

Leyenda

ADR	Acuerdo Europeo sobre Transporte Internacional de Mercancías Peligrosas por Carretera
ADN	Convenio europeo relativo al transporte de mercancías peligrosas por vías navegables interiores
ADNR	Acuerdo Europeo sobre Transporte Internacional de Mercancías Peligrosas por el Rin
ASTM	Sociedad Americana para Pruebas y Materiales
ATP	Adaptación al progreso técnico
BCF	Factor de bioconcentración
BetrSichV	Reglamento de seguridad en la empresa
c.c.	recipiente cerrado
CAS	Sociedad para la adjudicación de los números CAS
CESIO	Comité Europeo de tensioactivos orgánicos y productos intermedios
Chem G	Ley de Productos Químicos (Alemania)
CMR	carcinógenas, mutágenas, tóxicas para la reproducción
DIN	Instituto Alemán de Normalización, Sociedad registrada
DMEL	Nivel deduido de mínimo efecto
DNEL	Nivel sin efecto derivado
EINECS	Catálogo Europeo de productos químicos
EC50	concentración efectiva media
GefStoffV	Reglamento de sustancias peligrosas
GGVSEB	Reglamento de sustancias peligrosas por carretera, por ferrocarril y por vía
GGVSee	Reglamento de sustancias peligrosas por mar
GLP	Buenas Prácticas de Laboratorio
GMO	Organismo genéticamente modificado
IATA	Asociación del Transporte Aéreo Internacional
ICAO	Organización Internacional de Aviación Civil
IMDG	Código Internacional de Mercancías Peligrosas por Vía Marítima
ISO	Organización Internacional para la Normalización
LOAEL	La dosis más baja de una sustancia química administrada en la que se observaron daños aún en el experimento con animales.
LOEL	La dosis más baja de una sustancia química administrada en la que se observaron efectos aún en el experimento con animales.
NOAEL	La dosis más alta de una sustancia que, incluso en el caso de una ingestión duradera, no deja daños visibles y medibles.
NOEC	Concentración sin efecto observable
NOEL	Dosis sin efecto observable
o. c.	recipiente abierto
OECD	Organización para la Cooperación y el Desarrollo Económico
OEL	Valores límite de aire en el puesto de trabajo
PBT	Persistente, bioacumulativa, tóxica
PEC	Concentración medioambiental prevista
PNEC	Concentración prevista en cada medio ambiental en la que no hay más efectos dañinos al medio ambiente.
REACH	Registro REACH
RID	Sistema para el Transporte Internacional de Mercancías Peligrosas por Ferrocarril
STOT	Toxicidad específica de órganos
SVHC	Sustancias particularmente alarmantes
TA	Guía Técnica
TPR	Tercero como representante (Art. 4)
TRGS	Normas Técnicas para Sustancias Peligrosas
VCI	Asociación Registrada de la Industria Química
vPvB	muy persistente y muy bioacumulable
VOC	sustancias orgánicas volátiles
VwVwS	Reglamento Administrativo para la Clasificación de Sustancias con Riesgo de Contaminación del Agua
WGK	Clase de contaminante del agua
WHO	Organización Mundial de la Salud