



Aplicación de Mezclas de Alcóxidos de Silicio en la Conservación de Adobe

José Francisco Torres Salgado, Oscar Lira Negrete, Ramón Zárraga Núñez, Francisco Javier Luna García, Alberto F. Aguilera Alvarado y Jorge A. Cervantes Jáuregui*

Departamentos de Química e Ingeniería Química. División de Ciencias Naturales y Exactas. Col. Noria Alta s/n. Campus Guanajuato, Universidad de Guanajuato. Guanajuato, Gto., 36050. México.

*jauregi@quijote.ugto.mx

Dedicamos este trabajo con respeto y afecto, a la memoria del amigo y distinguido colega José de Jesús García Soto. En su persona, se conjugó el universitario pleno y su ejemplo será recordado siempre por quienes tuvimos la fortuna de colaborar con Él.

Resumen

En muchas ciudades antiguas tales como Guanajuato, existen gran cantidad de edificaciones de gran valor histórico al igual que casas habitación en las que se ha usado adobe en su construcción. Su conservación representa un gran problema. En este estudio, se propone el uso de mezclas basadas en alcóxidos de silicio para su conservación. Las mezclas propuestas una vez aplicadas, permiten consolidar e hidrofugar el material en un solo tratamiento.

Palabras clave: conservación de adobe, TEOS, MeTEOS, consolidación, tratamiento hidrofóbico

The Application of Alkoxysilane Mixtures for the Conservation of Adobe

Abstract

Adobe has multiple advantages as building material. It is well recognized because of the economic route of preparation and also its unique thermal properties. It has been used by centenary civilizations in important edifications. Guanajuato City has not been the exception. However, the conservation of adobe is troublesome because it tends to absorb important amounts of water once exposed rainwater, accelerating the degradation. In this job, it is suggested the use of mixtures of alkoxysilanes (TEOS and MeTEOS) for adobe conservation. The use of these formulations is an alternative to consolidate and protect the material surface in one pot treatment.

Key Words: adobe conservation, TEOS, MeTEOS, consolidation, water-repellent treatment



Introducción

El adobe es un ladrillo que se forma a partir de una masa rica en arcilla y ciertos materiales aditivos y que es secada al sol y al aire. Se caracteriza por ser un material que se emplea sin cocción previa. Es un antiquísimo sistema de construcción que puede encontrarse en muchas regiones geográficas, funcionando muy bien en aquellas de clima seco. En México, en Argentina y en el sur y norte de Chile las casas de adobe son aun patrimonio de muchas familias humildes, que conservan esta tradición desde tiempos inmemoriales. En nuestros días, algunos arquitectos siguen utilizando muros de adobe en combinación con cimientos, columnas y *losas* de hormigón. La mezcla ideal contiene un 20% de arcilla y un 80% de arena. Estos materiales, mezclados con agua, adquieren una forma más fluida que permite volcarla en moldes de madera con las dimensiones tradicionales. Cuando parte del agua se evapora, el ladrillo es capaz de sostenerse por sí mismo. Es entonces cuando se remueve la forma, completándose su secado al sol. Para acelerar el secado, los ladrillos son movidos, apoyándose en una de sus caras laterales. Al cabo de unos pocos días están listos para ser apilados. La cura completa toma unos 30 días. Es entonces cuando el ladrillo es tan fuerte como el cemento (Brown et al. 1979).

Se ha creído que es importante incorporar paja u otros aditivos para dar rigidez al adobe, o evitar rajaduras al secarse. Sin embargo, parece ser que si la proporción de arcilla y arena es la correcta, no se le necesita. Si el adobe se rompe al secarse es porque tiene mucha arcilla. Puede deshacerse con la lluvia por lo que, generalmente, requiere un mantenimiento sostenido, que suele hacerse con capas de barro. No conviene hacerlo con mortero de cemento, puesto que la capa resultante es poco permeable al vapor de agua y conserva la humedad interior, lo que provoca que se destruya el adobe desde su interior. Su fabricación resulta aún económica y por otro lado el gran número de construcciones existentes construidas en este material tanto en edificaciones antiguas como en barrios populares demandan su conservación. La conservación de las superficies de adobe no resulta fácil debido a que el material se destruye fácilmente por el agua. Por ejemplo, el uso de materiales poliméricos como protección no es posible debido a que la capa que forma sobre el adobe manifiesta una débil adhesión con el sustrato.



A continuación se hace un breve recuento de distintos estudios reportados referidos a la conservación del adobe. Brown y colaboradores, analizaron muestras de adobe provenientes de estructuras históricas para su ensamblaje mineral, sus distribuciones del tamaño de partícula, su contenido de sales y su porosidad (Brown et al. 1979). En este estudio, observaron que la causa principal en el deterioro, son tanto las soluciones salinas como la naturaleza de la distribución del tamaño de partícula. Ello repercute en el rápido deterioro del material. Se ha sugerido que un tratamiento de la superficie con formulaciones basadas en alcóxidos de silicio, puede dar resultados satisfactorios, particularmente, si esto es combinado con la protección contra los impactos directos de las lluvias, el viento, la nieve y el factor humano. Desde 1969, estos productos han sido aplicados en la consolidación del adobe (Torraca y Chiari, 1969), en una extensión de aplicaciones de los alcóxidos de silicio en la conservación de materiales de construcción fundamentada en el proceso sol-gel (Wheeler, 2005). El principio que apoya su uso, es que los materiales arcillosos, constituyentes del adobe, contienen una gran cantidad de grupos hidroxilo (-OH) libres capaces de reaccionar con el consolidante durante su polimerización (Torraca y Chiari, 1972). En estudios preliminares de laboratorio, muchos otros consolidantes han sido probados, siendo el tetraetoxisilano o TEOS, el que ha dado resultados alentadores. Se reporta el estudio de una muestra de adobe tratada con TEOS para determinar el grado de hidrólisis ocurrida después de cuatro años de almacenamiento (Lewin y Schwartzbum, 1985). Se concluyó que la reacción de hidrólisis es demasiado lenta debido a que aún se hallaban grupos etoxi residuales. Esto acarreó dudas respecto a una pérdida de consolidante así como del efecto del fortalecimiento del adobe por lo que se sugirió un nuevo tratamiento del material con el TEOS a fin de proporcionar el grado de consolidación faltante. Esto sería recomendable solamente si el material ha vuelto a recobrar al menos parcialmente su porosidad original para permitir la penetración del consolidante. Por otro lado, es bien conocido por medio de pruebas *in Vitro*, que la reacción de hidrólisis del TEOS para obtener el gel de sílica por sí misma genera una disminución en el volumen. Tal efecto puede producirse en el gel que se ha formado en las cavidades del adobe en las etapas inmediatas al tratamiento. En el largo plazo, esta contracción provoca tensión dentro del material (Wheeler, 2005).

Se efectuó un seguimiento del comportamiento del material durante los primeros días y semanas del tratamiento con soluciones de TEOS parcialmente polimerizado en alcohol. En



este caso, las muestras fueron tomadas de un ladrillo de adobe proveniente de una edificación arqueológica. Del estudio realizado por microscopía electrónica de barrido, en los primeros días los poros prácticamente están por completo cubiertos por el gel. Esto confirma el hecho que a pocos días del tratamiento, la superficie es repelente al agua y la longitud del poro es considerablemente reducida. Pocos días después, los poros comienzan a abrirse (Chiari, 1987). De este trabajo, se infiere que el material progresivamente va retomando su porosidad y apariencia generales y, al mismo tiempo, la propiedad deseada de resistencia al agua. Después del tratamiento y del transcurrir del tiempo, las partículas de arcilla ya no son diseminadas por el agua, proporcionando cohesión al adobe. Estas observaciones, limitadas a un periodo de tiempo de solo 16 meses, confirma la lentitud de la reacción de hidrólisis. No es evidente que la terminación de la reacción pueda inducir en el material un estrés más elevado que aquél producido por la contracción ocurrida en los primeros meses. La cuestión respecto a la efectividad del tratamiento a largo plazo (entre 10 y 20 años) permanece abierta. Por otro lado, habiendo comprobado que la porosidad del material se restituye así como la naturaleza polar del recubrimiento, un tratamiento periódico puede de hecho ser planteado en caso de ser requerido. En el mismo trabajo de Chiari, también se buscó proveer en el material propiedades de mayor duración respecto al ingreso del agua. Para ello, se aplicó una formulación comercial conocida como Wacker H el cual consiste en una mezcla 50-50 en volumen de TEOS y MeTEOS (metiltrióxosilano) y pequeñas cantidades de solvente. Como se puede ver, el MeTEOS tiene un grupo metilo (que es no polar y no hidrolizable) unido directamente al átomo de silicio (no polar y no hidrolizable) el cual otorgó precisamente propiedades duraderas de repelencia al agua a la superficie del adobe tratada.

De igual manera, se realizó un estudio a una muestra tratada después de 7 años de envejecimiento. Se reporta, por las imágenes obtenidas por SEM, que si bien el recubrimiento se presenta cuarteado, es estable en el tiempo. La capa hidrofóbica externa puede inhibir el acceso de agua, y con ello tal vez explicar la gran cantidad de grupos alcoxi sin hidrolizar encontrados en los trabajos como el de Lewin y Schwartzbum arriba citado. El estudio reporta también que con excepción de la hidrofobicidad, las propiedades del gel formado por el Wacker H parecen similares a las del gel formado por el Wacker OH (formulaciones basadas en TEOS), aunque el gel formado en el laboratorio en cajas petri a partir del Wacker H, sufre



menos fracturas que el del OH. La baja funcionalidad del MeTEOS (tres sitios para la condensación respecto a cuatro del TEOS) hace a este gel más resistente durante el secado.

Tomando en cuenta que desde hace algún tiempo ha sido de nuestro interés investigar sobre el desarrollo y aplicación de formulaciones basadas en alcóxidos de silicio en problemas de conservación arquitectónica (Cervantes, Zárraga, Salazar, 1999-2009), en este estudio se ha considerado importante retomar el caso de la conservación del adobe tomando en cuenta que en la ciudad de Guanajuato y en localidades aledañas, se encuentran muchas edificaciones antiguas y recientes cuya construcción es de adobe. Dado que los estudios en los que se han empleado formulaciones constituidas de mezclas de alcóxidos de silicio en los que se incorporen un consolidante típico (TEOS) y un hidrofugante (MeTEOS) son realmente limitados, creemos pertinente realizar nuevos estudios de aplicación de estas mezclas que se han obtenido en el laboratorio (Cervantes et al, 2004, Aguilera et al, 2008) a muestras de adobe que se preparan de acuerdo a las técnicas tradicionales de la región de Guanajuato.

En el estudio, se evalúa mediante diversas técnicas analíticas, el efecto del uso de diferentes proporciones TEOS/MeTEOS en el tratamiento de muestra de adobe. Es por ello que se describe la aplicación de tratamientos a muestras de adobe, utilizando formulaciones en base a mezclas de TEOS y MeTEOS a diferentes proporciones volumétricas. Se pretende determinar tanto el grado de efectividad del tratamiento como el requerimiento específico del producto por parte del material en estudio. A partir de los resultados, se comprobará la factibilidad de la aplicación de estas formulaciones mixtas en el tratamiento de consolidación/hidrofugación en un solo paso y su desempeño en el transcurso del tiempo.

Materiales y métodos

Las muestras de adobe provinieron de un solo bloque facilitado por personal de La Dirección de Obras Públicas del Municipio de Guanajuato. Las mezclas de alcóxidos de silicio consistentes de TEOS y MeTEOS fueron sintetizadas en el laboratorio a partir de la reacción de esterificación de mezclas de clorosilanos de acuerdo a lo reportado en un estudio previo (Cervantes et al, 2004, Aguilera et al, 2008).



La muestra de adobe se somete a pruebas de absorción de agua antes y después del tratamiento. La porosidad se determinó a partir de la inmersión de la muestra ya pesada, en una cantidad conocida de agua. A través del Principio de Arquimides, se calcula el volumen de la muestra a partir de la cantidad de agua desplazada.

Las formulaciones de mezclas de alcóxidos de silicio aplicadas en el tratamiento de adobe consistieron en proporciones volumétricas diversas, y que fueron obtenidas de la reacción de esterificación de clorosilanos ya referida. Las formulaciones preparadas fueron las siguientes A (35% MeTEOS, 65% TEOS, proporción molar 1:2), B (50% MeTEOS, 50% TEOS), C (65% MeTEOS, 35% TEOS), D (75% MeTEOS, 25% TEOS), E (100% MeTEOS) y F (100% TEOS).

Cada una de las formulaciones aplicadas contiene entre 3 y 4 % en volumen de etanol y un 1% de dibutildilaurato de estaño (DBTL) añadido como catalizador. La fracción de etanol presente es un residuo de la elaboración de mezcla de alcóxidos que en tratamientos de consolidación es frecuentemente utilizado como disolvente. Las diferentes formulaciones de consolidante – hidrofugante fueron aplicadas a las muestras con técnica en base a brocha, considerada la más efectiva al momento de otorgar un tratamiento de protección en los materiales pues con ello se facilita la infiltración e impregnación de las sustancias. La aplicación sobre los materiales se realizó hasta lograr saturarlos con la formulación. Una vez tratadas, las muestras se envolvieron en forros plastificados para con ello evitar, en lo posible, la evaporación rápida de etanol así como de la formulación aplicada.

Mediante la obtención del ángulo de contacto, se pudo determinar el grado de repelencia al agua que manifiesta un material ya sea de forma natural o luego del tratamiento de su superficie con las formulaciones.

Los ciclos de humedad- calentamiento, permiten valorar la efectividad del tratamiento mediante la simulación de su exposición a condiciones drásticas de intemperismo. Estas pruebas consisten en sumergir durante seis horas la superficie recubierta o incluso la muestra de manera total. Se seca para eliminar el exceso de agua y se introducen en una estufa, previamente calentada a 90° C durante una hora. La operación se repite hasta completar varios ciclos o hasta el momento en que la muestra tratada manifieste un daño perceptible.



Las muestras también fueron expuestas a radiación ultravioleta y a tratamiento en soluciones de ácido diluidas. La prueba consiste en introducir por tres horas las muestras consolidadas, en una cámara de luz ultravioleta de onda corta (200nm). Posteriormente, se bañan constantemente durante una hora con una solución de ácido clorhídrico al 10%, registrándose los cambios producidos en cada una de las muestras.

Las muestras de adobe se estudiaron por difracción de rayos-x. Se empleó un difractómetro *Siemens D500*, ángulo 2Θ : 10° a 80° ; Radiación CuK α , 30 Kv, a $2^\circ/\text{min}$. El análisis se efectuó en dos muestras de adobe, una sin la aplicación del tratamiento y otra con tratamiento de formulación de dos partes de TEOS por una de MTEOS (2:1).

Muestras tratadas y sin tratar fueron analizadas en un microscopio electrónico de barrido *Laica S-420 σ* . Se usó una corriente de electrodo de 150 pA con diferencia de potencial de 10 Kv sobre las muestras previamente recubiertas con aleación Au-Pt.

Resultados y Discusión

Determinación del grado de absorción de agua en adobe sin tratamiento.

La valoración se llevó a cabo sobre muestras de adobe con tamaño similar, antes de realizar tratamiento de consolidación, previamente secadas en la estufa a 110°C , para posteriormente ser introducidas en un vaso de precipitados de 600 mL con 50mL de agua destilada por un minuto para cotejar el grado de absorción. Los resultados son los siguientes:

Tabla 1. Porcentajes de Absorción en muestras adobe sin tratamiento

Adobe	Peso Inicial (gr.)	Peso final (gr.)	% absorción
1	47.7	57.7	20.9
2	52.4	61.6	17.7
3	39.5	47.9	21.3
4	29.9	35.7	19.3
5	44.5	52.9	19.1
6	35.1	42.3	20.4



Los resultados muestran el alto grado de absorción que este tipo de material posee y su alta susceptibilidad al deterioro por el agua. Por otra parte, la valoración del porcentaje de porosidad, teniendo en cuenta que la permanencia de la muestra en el agua por largo tiempo la destruiría, solo se realizó en una sola muestra y por el tiempo en que se logró saturarla, obteniendo un porcentaje muy alto de porosidad (26 %). Al aplicar la formulación, las cantidades necesarias para saturar completamente el adobe serán relativamente elevadas. Hasta donde es del conocimiento de los autores, no se conoce un dato del intervalo óptimo de absorción de agua para que el adobe.

Aplicación de formulaciones.

Tabla 2 Relación de cantidades de formulación aplicada a las muestras de adobe

Adobe	Formulación	Peso Inicial (g)	Peso final (g)	Formulación (g)
1	A	47.7	51.7	3.9
2	B	52.4	55.7	3.4
3	C	39.5	43.2	3.7
4	D	29.9	33.6	3.7
5	E	44.5	49.1	4.6
6	F	35.1	39.1	3.9

En la tabla 2, se muestra la relación de cantidades utilizadas en el tratamiento del adobe. Se observa que aunque los pesos de cada muestra son variables (debido a la mayor o menor presencia de material denso en el interior de las muestras, lo que les hace poco uniformes), la cantidad aplicada de formulación se mantienen dentro de un orden similar. Esta información también es útil ya que permite contar con una idea aproximada de los requerimientos en volumen requeridos para tratar el adobe.



Entre tres semanas y un mes posterior al tratamiento, se pesaron nuevamente las muestras tratadas. El propósito fue conocer el porcentaje de consolidante/hidrofugante depositado. La Tabla 3 muestra los resultados obtenidos en esta medición.

Adobe	Formulación	Peso Inicial (g)	Peso Final (g)	Cantidad Aplicada (g)	Cantidad Efectiva (g)	% Retención
1	A	47.7	48.6	3.9	0.91	23.1
2	B	52.4	53.4	3.4	1.08	31.8
3	C	39.5	41.7	3.7	1.07	29.0
4	D	29.9	30.9	3.7	0.99	26.8
5	E	44.5	45.6	4.6	1.13	24.2
6	F	35.1	36.2	3.9	1.10	28.1

Los datos expuestos muestran las bajas cantidades de formulación que gelificó dentro del material después del tratamiento. Alrededor de un 70 % de las cantidades aplicadas se perdieron por evaporación y quizá también, por escurrimiento. Esto debido a que el adobe es tan poroso e irregular, repleto de zonas intersticiales que, así como es altamente absorbente, también demuestra que es incapaz de retener la mayoría del producto aplicado teniendo que considerar también, la posibilidad de emplear una cantidad mayor de disolvente. Sin embargo, por los resultados obtenidos, la cantidad retenida parece que fue suficiente para cumplir con las expectativas del tratamiento.

Valoración del grado de absorción de agua y porosidad en muestras consolidadas.

Una vez consolidadas, las muestras de adobe fueron sometidas nuevamente a prueba de absorción de agua y porosidad para comprobar la efectividad del tratamiento. La tabla 4 muestra los resultados obtenidos.



Tabla 4. Porcentaje de absorción de agua en muestras de adobe tratado

Adobe	Formulación	Peso Inicial (g)	Peso final (g)	% absorción
1	A	48.6	48.9	0.70
2	B	53.4	53.6	0.35
3	C	41.7	41.6	0.00
4	D	30.9	30.9	0.00
5	E	45.6	45.6	0.00
6	F	36.2	42.3	16.9

Se observa que el porcentaje de absorción de agua, en las muestras tratadas con las formulaciones **C**, **D** y **E** es nulo, efecto de la hidrofobicidad otorgado por el MeTEOS presente en las formulaciones. Las muestras tratadas con las formulaciones donde la cantidad de MeTEOS era inferior a la de TEOS, son las únicas que permiten aunque de manera muy limitada, la infiltración de agua. La Muestra F consolidada únicamente con TEOS, aunque reducido, muestra un porcentaje de absorción de agua desproporcionado en comparación con las otras muestras, demostrando que como bien se sabe, el TEOS carece de capacidad hidrofugante y la reducción del porcentaje de absorción respecto al mostrado por el material originalmente, se debe a que en el interior del material se han reducido los espacios vacíos al ser ocupados por el consolidante. La figura 1 es muy ilustrativa respecto a lo sucedido durante la valoración del grado de absorción en las muestras tratadas. Un blanco de adobe sin tratamiento fue colocado junto con las muestras consolidadas para hacer más evidente las propiedades adquiridas por el material al estar inmerso en agua.



Figura 1. Muestras de adobe tratado totalmente inmerso en agua.



Se puede apreciar que las muestras **3** y **4**, consolidadas con las formulaciones **C** y **D** respectivamente, se mantienen completamente protegidas e incólumes al agua aun estando completamente sumergidas en ella, mientras que las muestras **1** y **2** consolidadas con las formulaciones **A** y **B**, tienen humedecimiento superficial, siendo esto consistente con el mayor porcentaje de absorción de agua obtenido. El blanco usado, hace evidente la destrucción a la que es susceptible el adobe al contacto con el agua, convirtiéndolo rápidamente, en un amasijo de piedra, de paja y de lodo. Las formulaciones **C** y **D** dieron los mejores resultados. Respecto a la medición del porcentaje de porosidad, el grado de repelencia al agua adquirida por las muestras tratadas con MeTEOS, simplemente no permite la realización de esta prueba.

El grado de hidrofobicidad otorgado por cada una de las diferentes formulaciones al material se realizó a través de la medición del ángulo de contacto. El adobe sin tratamiento no permite la realización de esta prueba debido a que su alta capacidad de absorción de agua. Los datos muestran una progresión ascendente de los ángulos de contacto a medida que va aumentando la concentración de la parte de MeTEOS en las formulaciones. Aunque la superficie de las muestras es poco regular, la hidrofobicidad de las muestras es tan elevada, que la gota superpuesta hace un contacto bastante somero con la superficie, demostrando baja capacidad de adherencia, por lo que se descarta la posibilidad de que llegue a humedecerla. La relación de ángulos de contacto se expone en la tabla 5. La acción del MeTEOS como hidrofugante del adobe es efectiva y no interfiere el que se haya aplicado en mezcla junto con TEOS, al mostrar que puede formar buenas películas de gel sobre el material.



Tabla 5. Relación de ángulos de contacto determinados en adobe consolidado

Muestra adobe	Formulación TEOS-MeTEOS	Angulo de contacto
1	65 – 35	104°
2	50 – 50	110°
3	35 – 65	118°
4	25 – 75	131°
5	0 – 100	135°
6	100 – 0	0°

Ciclos de humedad-calentamiento.

Las muestras de adobe tratadas, fueron sometidas a ciclos de humedad y calentamiento para comprobar hasta que punto las propiedades hidrofóbicas y cohesivas impartidas al material por las formulaciones, permanecen inalterables al enfrentarlas a condiciones que aceleren su deterioro. Después de cada ciclo cumplido, se realizaban de nueva cuenta pruebas de absorción de agua, porosidad y ángulo de contacto para cada una de las muestras. Hasta culminado el sexto ciclo, fue que se empezaron a presentar ciertas modificaciones (Tabla 6).

Tabla 6. Resultados obtenidos en adobe después de ciclos de Humedad –calentamiento

Muestra Adobe	Formulación TEOS/MeTEOS	N ° Ciclos	% Absorción de Agua	% Porosidad	Ángulo de Contacto
1	65-35	6	11.3	18.3	93°
2	50-50	6	9.1	15.6	94°
3	35-65	6	2.1	3.9	108°
4	25-75	6	1.9	3.5	117°
5	0-100	6	1.2	2.7	120°
6	100-0	6	18.4	24.6	0°



Aun habiendo sido sometidas a condiciones bastante favorables para el deterioro, las muestras parecen haber soportado bastante bien el influjo del calor y la humedad sin haberse debilitado, resquebrajado o aglutinado; mostrando así, la efectividad del tratamiento con mezclas de alcoxisilanos. Las muestras tratadas con formulaciones donde el TEOS se encuentra en mayor o igual proporción que MeTEOS son las que otorgan resultados en los que aparentemente se produjo una disminución de las propiedades adquiridas después de la consolidación que, sin embargo, pueden deberse mas a una reapertura de los poros del material que a la pérdida de dichas propiedades a causa de la sobre-exposición a condiciones un tanto extremas de humedad y calentamiento. Es quizá por ello que los porcentajes de porosidad y absorción de agua en las muestras de adobe **1** y **2**, evidencien un acercamiento hacia aquellos que se obtuvieron antes de realizar el tratamiento sobre las muestras.

Tabla 7. Tabla comparativa de resultados en muestras de adobe tratadas antes y después de seis ciclos humedad-calentamiento

Muestra Adobe	Formulación TEOS/MeTEOS	% absorción	% Porosidad	Angulo de contacto	N° Ciclos	% Absorción de Agua	% Porosidad	Angulo de Contacto
1	65-35	0.70	-	104°	6	11.3	18.3	93°
2	50-50	0.35	-	110°	6	9.1	15.6	94°
3	35-65	0.00	-	118°	6	2.1	3.9	108°
4	25-75	0.00	-	131°	6	1.9	3.5	117°
5	0-100	0.00	-	135°	6	1.2	2.7	120°
6	100-0	16.9	22.78	0°	6	18.4	24.6	0°

Los ángulos de contacto reportados en la tabla 7, revelan la disminución de la hidrofobicidad en cada una de las muestras después de los seis ciclos de humedad-calentamiento. Las gotas superpuestas manifiestan una mayor adherencia a las superficies



de adobe y con ello mayores posibilidades de humedecerlas hasta filtrarse por completo en el material. Sin embargo, a pesar de que los ángulos de contacto obtenidos poseen valores inferiores que los dados en la medición anterior a los ciclos de humedad - calentamiento, la repelencia al agua es suficientemente buena para evitar humedecimientos o infiltraciones del líquido. Se sugiere además, de que en caso de que este nivel de repelencia no resguarde completamente al material en presencia del agua, la cohesión dada por la parte de TEOS al material impedirá que esta provoque algún detrimento estructural o al menos lo retarde.

Exposición a Radiación Ultravioleta. No se registro ningún cambio en ninguna de estas muestras después de haber sido irradiadas en una cámara de luz ultravioleta y bañadas en solución con ácido clorhídrico al 10%.

Difracción de rayos X. Fueron dos las muestras de adobe que analizaron por medio de difracción de rayos x de polvos. Se estudió el adobe sin tratamiento y a 8 meses después de haberle sido aplicada la formulación **A**. Las fases mineralógicas identificadas en el adobe estudiado son, en mayor proporción, feldespatos tipo plagioclasa como albita ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$); feldespatos tipo ortoclasa como sanidina $[(\text{K},\text{Na})\text{AlSi}_3\text{O}_8]$; mineral arcillosos tipo esmectita, probablemente montmorillonita y cuarzo (SiO_2) y por último, una fase identificada como hematina (Fe_2O_3), además de una fases probable de caolinita. En la muestra tratada, las fases mineralógicas identificadas son prácticamente las mismas, diferenciándose únicamente por la intensidad en las señales de feldespatos y cuarzo. Este aumento de la intensidad de las señales pudiesen ser efecto del tratamiento aunque fue difícil de establecerse pues como se ha mencionado, las proporciones de los minerales presentes en el adobe pueden variar entre una y otra muestra, por su alta heterogeneidad.

Microscopía electrónica de barrido

La figura 2, corresponde a micrografías de una muestra de adobe sin tratamiento a 1000 y 3000 aumentos y con ello apreciar de mejor manera la textura y mineralogía que el adobe posee. En la imagen **A** se aprecia la constitución general de la superficie de adobe. Gran cantidad de partículas de arcilla se encuentra superpuesta sobre capas que corresponden a mineral de mayor magnitud y densidad, como por ejemplo, pequeños fragmentos de material rocoso.

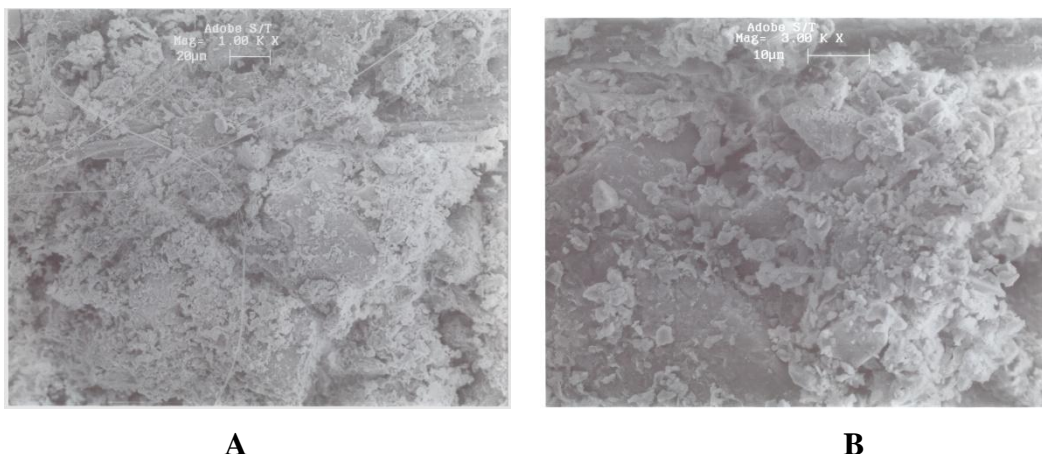


Figura 2. Micrografías de adobes sin tratamiento. A) 1000 K X. B) 3000 K X

A 3000 aumentos (**B**), el adobe se muestra como un conglomerado de partículas, donde los cristales de las fases mineralógicas presentes se aglutinan a diferentes proporciones y tamaños, generando una estructura bastante heterogénea y con alta porosidad. Por otra parte, se puede apreciar la presencia de cierto material fibroso que posiblemente corresponda a hebras de la materia orgánica con la que el adobe se prepara (paja o estiércol de ganado bovino).

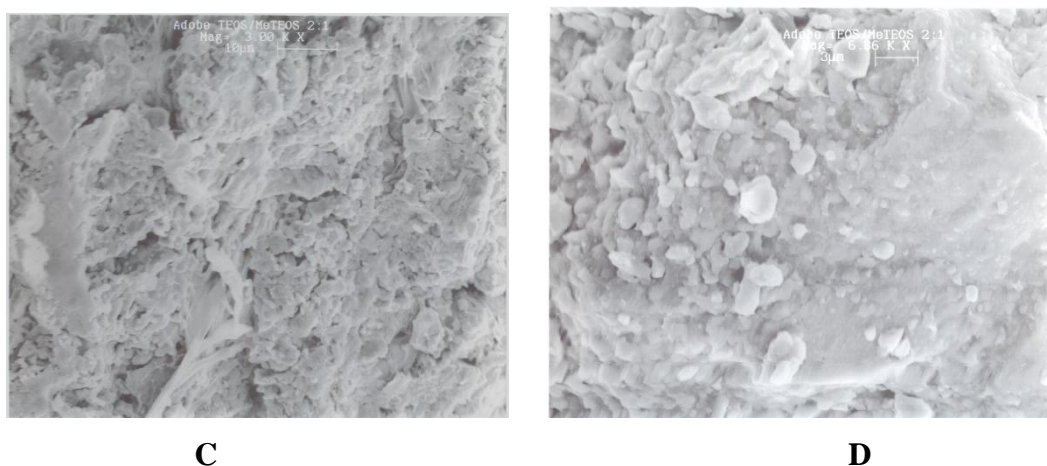


Figura 3. Micrografías de adobes tratados con formulación A (65% TEOS- 35% MeTEOS).

C) 3000 K X, D) 6860 K X

El panorama cambia completamente cuando se observa una muestra de adobe tratada con formulación de alcoxilanos (Figura 3). A 3000 aumentos (C), se aprecia que se ha formado una película de gel sobre el conglomerado que conforma la superficie. Aunque se perciben algunas fracturas, la película formada aparenta ser bastante homogénea, extendiéndose por toda la superficie. Esta condición se aprecia de mejor manera a los 6860 aumentos (D), donde la



película ha recubierto por completo la superficie, observándose una cantidad escasa de poros abiertos. Las partículas dispersas en la estructura del adobe han quedado completamente cubiertas por la película de gel formado, aparentando una gran estabilidad y cohesión adquirida indudablemente de la parte de TEOS en la formulación aplicada. Esto pudiera explicar la razón por la cuál en la pruebas de humedad y calentamiento, esta muestra resistió bastante bien al ataque del agua, aún siendo la que fue consolidada con la formulación donde la proporción del hidrofugante es la menor respecto al consolidante.

La información que aporta la microscopía electrónica de barrido de un adobe consolidado con una formulación donde la proporción TEOS es inferior respecto a la de MTEOS, no se distingue demasiado de lo observado en el caso anterior. En un adobe consolidado con la formulación **D** (25% TEOS -75% MeTEOS) (figura 4.17), se aprecia que se ha formado una película de gel bastante homogénea sobre la superficie, que al igual que en el adobe anterior, muestra algunas zonas donde el gel se ha fracturado (parte superior izquierda Micrografía **F**) sin embargo, la consolidación aparenta ser mucho más uniforme en este caso.

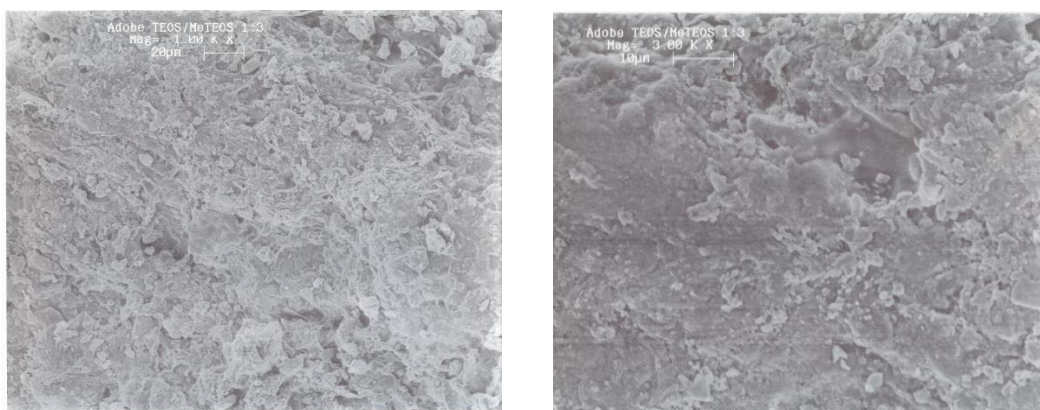


Figura 4. Micrografías de adobes tratados con formulación **D** E) 1000 K X. F) 3000 K X

Otra condición particular, aparece en la micrografía **E**, donde se hace visible la formación de filamentos que interconectan zonas poco regulares de la superficie, en lugares donde la película de gel no pudo formarse uniformemente por diferencias de nivel o por poros de gran diámetro que los alcoxisilanos son incapaces de rellenar. Este puente es muy típico de un gel de TEOS en su interacción con el material. Es probable que en otras zonas, la muestra consolidada con la formulación **A** también los contenga. Sin embargo, de acuerdo a las observaciones de Chiari, tales filamentos no son el factor más importante en la consolidación del adobe ya que decrecen con el tiempo.



Conclusiones

Altos valores de cohesión e hidrofobicidad se obtuvieron para el adobe tratado con cada una de las formulaciones aplicadas. Cuando estas son mixtas, la conservación de adobe parece altamente factible debido a que la funcionalidad del TEOS y MeTEOS como agentes consolidante/hidrofugantes no se ve afectada por su aplicación simultánea. Las películas de gel formadas en base a mezcla de TEOS y MeTEOS sobre la superficie de adobe aparentan poseer alta cohesión con el sustrato así como baja presencia de fracturas, indicativo de que se puede lograr de buena manera la consolidación sin que se presente ningún tipo de rechazo por parte de los componentes del adobe sobre las especies consolidantes. Por otro lado, exposición a condiciones de humedad y calentamiento no disminuye de forma significativa las propiedades adquiridas en el tratamiento. El efecto del tratamiento envejecerá a través del tiempo, siendo probable que dentro un periodo largo se requiera de una nueva aplicación. Por su vulnerabilidad al deterioro debido a efectos pluviales, se recomienda una formulación que otorgue buena consolidación y un grado alto de hidrofobicidad. La formulación más recomendable es la de proporción 1:2 TEOS-MeTEOS. La gran problemática existente en la consolidación de adobe se desprende de su alta porosidad y la baja cohesión entre las partes que lo conforman, lo que da como resultado pérdidas altas de la formulación por evaporación. La baja presencia de cuarzo entre los minerales que lo constituyen, representa posibilidades escasas de formación de enlaces siloxano de las películas del gel mixto y el sustrato, lo que repercutiría seguramente, en una presencia pobre de zonas consolidadas de manera adecuada.

Agradecimientos. Se contó con una beca de investigación otorgada a JFTorres-Salgado dentro del proyecto auspiciado por el programa Fondos Mixtos CONACYT-Gobierno del Estado de Guanajuato, clave GTO-2003-CO-11490, realizado en colaboración entre el cuerpo académico de química y tecnología de silicio de la Universidad de Guanajuato y el CIDITEQ-Querétaro.

Referencias

Aguilera-Alvarado A.F, Cervantes, J., Torres-Salgado, J. F., Lira-Negrete, O., and Zárraga, R. (2008). p. 203-214. Experimental data correlation from a pilot scale reactor to a mass-thermal model for alkoxy silanes production. In H.A. Oye, H. Brekken, T. Foosnaes, and L. Nygaard (Eds.) Silicon for the chemical and solar industry IX. ISBN 978-82-997357-5-9. Tapir Uttrykk, Norway.



- Brown, P.**, Robbins, C. and Clifton, J.R. (1979). Adobe. II. Factors affecting the durability of adobe structures. Mater. Sci., Studies in Conservation: Univ. Wisconsin, WI, USA.
- Chiari, G.** (1987). Consolidation of adobe with Ethyl Silicate: Control of long-term effects using SEM. 5th International meeting of experts on the conservation of earthen architecture.
- Cervantes, J.**, Mendoza-Díaz, G., Alvarez-Gasca, D. and Martínez-Richa, A. (1999). The application of ²⁹Si and ²⁷Al Magic Angle Spinning Nuclear Magnetic Resonance in Building Materials Studies of Historical Monuments. Solid State Nuclear Magnetic Resonance, 13, 263-269
- Cervantes, J.**, Lira-Negrete, O., Zárraga, R., Aguilera, A. and Luna, F.J. (2004). P. 241-250. Experimental considerations in the synthesis of alkoxy silanes from chlorosilanes mixtures. In H. A. Oye, A. Holas and L. Nygaard (Eds). Silicon for the Chemical Industry VII. ISBN 82-90265-25-5. Tapir Uttrykk, Trondheim, Norway
- Lewin, S.Z.**, Schwartzbaum, P.M. (1985). Investigation of the long-term effectiveness of Ethyl Silicate-based consolidante on mud brick. International symposium and training workshop on the conservation of adobe
- López-Barrera, J. A.**, Avila-Ortega, A., Morales J., Cervantes J. and Olayo R. (2007). Superficial modification of quarry stone by plasma of hexamethyldisiloxane. J. of Applied Organometallic Chemistry. 21, 10.
- Salazar-Hernández, C.**, Zárraga, R., Alonso, S., Sugita, S. and Cervantes, J. (2009). Effect of the type of solvent on the polycondensation of TEOS catalyzed by DBTL as used for Stone Consolidation. J. of Sol-Gel Science and Technology 49: 301-310.
- Torraca, G.**, Chiari, G. (1972). Report on mud brick preservation. Mesopotamia VII, Torino, Italy.
- Wheeler, G. (2005). Alkoxy silanes and the consolidation of stone. Getty Publications, LA, California, US.
- Zárraga, R.**, Alvarez-Gasca, D., Cervantes, J. (2002). Solvent effect on TEOS film formation in the sandstone consolidation process, J. of Silicon Chemistry, I, 397-402
- Zárraga, R.** (2006). Sobre Las evidencias y problemáticas en la formación del enlace siloxano en materiales pétreos consolidados con alcoxisilanos. Tesis Doctoral. Universidad de Guanajuato, Guanajuato, México
- Zárraga, R.** y Cervantes, J. (2006). La Consolidación de Canterías de Monumentos Históricos: El Patrimonio en Riesgo. Enlace Químico. Revista Electrónica de la Facultad de Química, Universidad de Guanajuato, 1; 4.
- Zárraga, R.**, Cervantes, J., Alvarez-Gasca, D., Reyes-Zamudio, V. y Salazar- Hernández, C. (2006). La Investigación científica en la conservación de monumentos de cantera. Acta Universitaria, Vol. 16, No. 2.
- Zárraga, R.**, Cervantes, J., Salazar-Hernández, C. and Wheeler, G. (2009) Effect of the Addition of Hydroxyl-terminated polydimethylsiloxane to TEOS-based Stone Consolidants. Journal of Cultural Heritage. Doi:10.1016/j.culher.2009.07.002