

Aplicación y caracterización de la formulación base quitosano y partículas de TiO₂ en madera

Application and characterization of chitosan-based formulation and TiO₂ particles in wood

Calvillo Zacarias D²., González Hermosillo M.I¹., Waldo López L¹., Hernández Segoviano, M.D³., Ybarra Rangel, J. M¹., Sánchez Saldaña, M. F¹., Correa Guerra, D. M¹., Guzmán Álvarez, G^{4,3}., Zárraga Núñez, R.A⁴.

¹Licenciatura en Química, División de Ciencias Naturales y Exactas, Universidad de Guanajuato

²Licenciatura en Químico Farmacéutico Biólogo, División de Ciencias Naturales y Exactas, Universidad de Guanajuato

³Bachillerato General, Escuela del Nivel Medio Superior, Universidad de Guanajuato

⁴Departamento de Química, División de Ciencias Naturales y Exactas, Universidad de Guanajuato

d.calvillozacarias@ugto.mx², mi.gonzalezhermosillo@ugto.mx¹, l.waldo.lopez@ugto.mx¹, md.hernandezsegoviano@ugto.mx³, jm.ybarrangel@ugto.mx¹, mf.sanchezsaldana@ugto.mx¹, dm.correaquerra@ugto.mx¹, g.alvarez@ugto.mx^{4,3}, rzarraqa@ugto.mx⁴.

Resumen

La preservación de la madera contra diversas formas de degradación es esencial para su conservación y longevidad. Entre las amenazas más significativas se encuentra la degradación biológica, causada por microorganismos como hongos y bacterias, que deterioran la estructura de la madera. Este estudio evalúa la eficacia del quitosano, un biopolímero natural combinado con nanopartículas de dióxido de titanio (TiO₂) en la protección de la madera contra estos daños.

Se prepararon dos soluciones de quitosano con partículas de TiO₂ a concentraciones del 0.75% y 0.5% en peso, que fueron aplicadas a probetas de madera de pino. Estas probetas, conforme a los estándares ASTM D143 - 14, recibieron tratamientos variados: la solución de quitosano-TiO₂, recubrimientos tradicionales como barniz y tinta, y fueron expuestas a radiación UV y vapor de agua para simular condiciones de intemperie.

Los resultados de colorimetría mostraron que la formulación de quitosano-TiO₂ proporcionó una mejor resistencia a los cambios de color inducidos por la radiación UV en comparación con los recubrimientos tradicionales, siendo el tratamiento con 0.75% de TiO₂ el más eficaz. Las pruebas de microscopía revelaron que el tratamiento con quitosano-TiO₂ redujo el daño visible y mejoró la uniformidad superficial de la madera, sin cambios significativos tras las condiciones de intemperismo. La evaluación del ángulo de contacto demostró que el tratamiento mejoró la hidrofobicidad, aunque se observó variabilidad en los datos debido a la porosidad de la madera y la distribución de la solución. Las mediciones de dureza indicaron un aumento en la resistencia mecánica de la madera tratada, aunque esto podría implicar una reducción en la flexibilidad.

La formulación de quitosano-TiO₂ ofrece una protección significativa contra la degradación microbiana, contaminantes ambientales y condiciones meteorológicas adversas, manteniendo la integridad estructural y la estética de la madera. La inclusión de TiO₂ amplifica las propiedades protectoras del quitosano, presentándolo como una alternativa viable y ecológica a los métodos tradicionales de preservación de la madera.

Palabras clave: Quitosano, Partículas de TiO₂, Madera, Degradación, Caracterización.

Introducción

La protección de la madera contra diversas formas de degradación es crucial para su conservación y durabilidad. La degradación biológica es una de las principales amenazas causadas por microorganismos como hongos y bacterias que deterioran la estructura de la madera. Los hongos, como *Serpula lacrymans* y *Gloeophyllum trabeum*, responsables de la pudrición seca y húmeda, respectivamente, pueden descomponer la celulosa y la lignina, los componentes principales de la madera, lo que resulta en una pérdida significativa de integridad estructural y estética [1]. Además, los insectos xilófagos, como las termitas, excavan túneles que debilitan la madera y la hacen propensa a colapsar.



Figura 1: Madera dañada

La exposición a contaminantes ambientales, como gases ácidos y polución, también afecta la madera, alterando su estructura química y física. Productos químicos en la atmósfera urbana, como el dióxido de azufre y el ozono, pueden causar oxidación y degradación química, reduciendo la durabilidad de la madera y provocando cambios en su color y textura [3]. Las variaciones en humedad y temperatura pueden causar hinchazón, contracción y agrietamiento, mientras que la radiación UV puede degradar la superficie, haciéndola más susceptible a otros tipos de daños [4].

Tradicionalmente, la madera se protege con recubrimientos como barniz, tintura y ceras. Sin embargo, estos métodos presentan desventajas. Los barnices, aunque forman capas protectoras, pueden alterar la apariencia natural de la madera y agrietarse con el tiempo, requiriendo aplicaciones frecuentes. Además, suelen contener compuestos volátiles orgánicos tóxicos para humanos y el medio ambiente [5]. Los tintes, aunque ofrecen cierta protección, pueden cambiar irreversiblemente el color de la madera y contener productos químicos perjudiciales [6].

Para abordar estos problemas, se han explorado soluciones más seguras y efectivas, como la aplicación de quitosano, un biopolímero natural derivado de la quitina presente en exoesqueletos de crustáceos y paredes celulares de hongos. Estudios de la Universidad de Granada y el Instituto de Ciencias de Materiales de Aragón han demostrado que el quitosano es eficaz para proteger la madera contra hongos y bacterias, mejorando también su resistencia a la humedad sin alterar sus propiedades físicas [7, 8]. Esta capacidad antimicrobiana no solo preserva la madera, sino que también minimiza el uso de productos químicos sintéticos, reduciendo el impacto ambiental y los riesgos para la salud humana.

Existen varios tipos de preservadores de madera, incluyendo sintéticos, oleosos y naturales. Los preservadores sintéticos, como el CCA (cromo, cobre, y arsénico), son efectivos pero tóxicos debido a los metales pesados que contienen. Los preservadores oleosos, como la creosota, también son eficaces, pero presentan riesgos ambientales y de salud. Los preservadores naturales, como extractos vegetales y aceites esenciales, ofrecen una alternativa más segura.

El quitosano se destaca por sus propiedades antimicrobianas y antifúngicas, su biocompatibilidad y biodegradabilidad, lo que lo convierte en una opción ecológica frente a los tratamientos convencionales. Además, el quitosano puede formar películas delgadas y uniformes sobre la madera, actuando como barreras físicas contra la humedad y otros agentes degradantes, mejorando las propiedades mecánicas de la superficie tratada [9].

La incorporación de partículas de dióxido de titanio (TiO_2) en la solución de quitosano amplifica sus propiedades protectoras. El TiO_2 , con su alta actividad fotocatalítica, descompone compuestos orgánicos bajo la luz UV, eliminando manchas y deterioros. Además, tiene propiedades antimicrobianas que refuerzan el efecto protector del quitosano, creando una barrera multifuncional sin alterar las propiedades naturales de la madera, crucial en la restauración del patrimonio [10, 11].

Para asegurar la efectividad de estos tratamientos, se realizan diversas pruebas, como la medición de la dureza con un durómetro, evaluaciones de color, imágenes microscópicas y mediciones del ángulo de contacto para evaluar la hidrofobicidad. Estas pruebas proporcionan datos cuantitativos y cualitativos sobre el desempeño del tratamiento con quitosano y TiO_2 , garantizando que no afecten negativamente a la madera [13, 14, 15].

Estas pruebas permiten una evaluación integral del estado original del material, así como de la eficacia del tratamiento con quitosano y TiO_2 tras su aplicación, proporcionando datos cuantitativos y cualitativos sobre su desempeño.

Materiales y métodos.

Preparación de soluciones.

1.1 Síntesis de partículas de TiO_2 asistido por punta ultrasónica.

Para la síntesis de partículas de TiO_2 se utilizó el método de sol-gel usando como precursor el isopropóxido de titanio (IV), EtOH absoluto como solvente y HCl (ácido clorhídrico) como agente reductor.

En un vaso de precipitado se agregó 5 mL de alcohol y 6.45 mL de isopropóxido de titanio, enseguida se adicionó nuevamente 5 mL de alcohol, 0.5 mL de HCl concentrado, seguido de 12.5 mL de alcohol para finalmente adicionar una solución de 5 mL de alcohol y 1.3 mL de agua destilada. Todo el proceso de adición de reactivos se realizó haciendo uso de la punta ultrasónica para homogenizar la disolución y se utilizó hasta observar la formación del gel. De igual manera, después de la gelificación se secó a baño maría durante 3 hr a 100°C y se calcinó el polvo obtenido a 550°C en un mínimo de 12 hr. [16]

1.2 Síntesis de quitosano a partir de exoesqueleto de camarón.

Para la síntesis del quitosano se obtiene a partir de la utilizar un desecho agroindustrial el exoesqueleto (cascara) del camarón para su síntesis se llevaron a cabo los siguientes procesos:

Desmineralización: En vaso de precipitado se colocó 20 gr de exoesqueleto de camarón previamente acondicionado, agregar una solución de HCl 2N en una relación de 1:10, manteniendo en agitación constante durante 2 h a temperatura ambiente *.

Desproteización: El producto obtenido después de la desmineralización colocar nuevamente en un vaso de precipitado una solución de NaOH 3% en una relación de 1:10, manteniendo en agitación constante durante 2 h a 80°C *.

Despigmentación: Sumergir los restos del producto en alcohol etílico concentrado en una relación 1:10 con respecto al peso inicial del exoesqueleto, dejar reposar durante 40 min mínimo en agitación constante*.

Desacetilación: Colocar el resto del producto en un vaso de precipitado con una solución de NaOH 50% en una relación 1:10 a 70°C durante 2 h y a 100°C durante 2 h bajo agitación constante*.

*Después de cada paso, realizar lavados con agua destilada hasta obtener pH neutro y secar a 70°C durante 12 h antes de realizar el siguiente paso (Figura 2) [16].

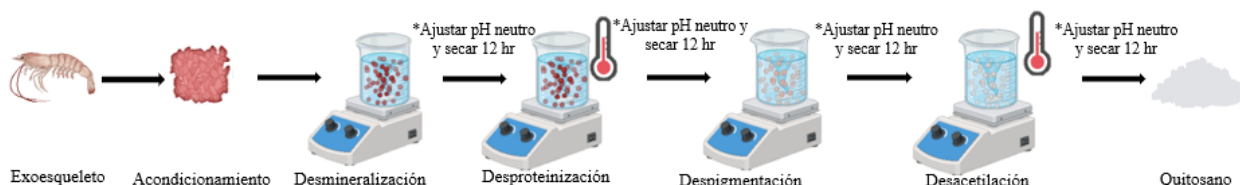


Figura 2: Síntesis de quitosano. Elaboración propia.

1.3 Formulación sistema TiO_2 /Quitosano.

Para la formulación del sistema, se utilizaron el quitosano y las partículas de TiO_2 sintetizadas previamente. En un vaso de precipitados se colocaron 100 mL de agua. Con agitación magnética, se adicionó la cantidad necesaria de partículas de TiO_2 para cumplir con las relaciones de 0.75 % y 0.50 % en peso. Posteriormente, se sónico la mezcla con una punta ultrasónica durante 1 minuto. Se añadieron de 6 a 10 gotas de ácido acético concentrado para asegurar la dilución del quitosano, y a continuación, se agregaron 0.125 g de quitosano. La mezcla se mantuvo bajo agitación magnética hasta la completa disolución del quitosano.

Finalmente, se sónico la solución durante 1 minuto adicional para obtener una suspensión homogénea (Figura 3) [16].

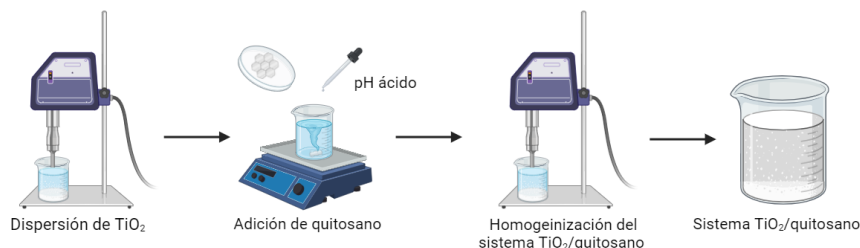


Figura 3: Metodología sistema TiO₂/Quitosano. Elaboración propia.

Preparación de probetas y aplicación de formulación.

Como se mencionó anteriormente, se prepararon dos concentraciones de la solución de quitosano con partículas de TiO₂: 0.75% y 0.5% en peso. Tras ello, se llevó a cabo la fabricación de las probetas a partir de una viga de madera de pino, siguiendo las ASTM D143 - 14: Standard Test Methods for Small Clear Specimens of Timber. Se obtuvieron seis probetas con dimensiones de 50 mm x 50 mm x 200 mm. Estas fueron lijadas, lavadas y secadas. Dos de ellas serían caracterizadas antes y después de la aplicación de la formulación; la primera fue tratada con la solución al 0.50%, mientras que la segunda con la solución al 0.75%. Las siguientes dos se utilizarían para replicar métodos comunes de conservación de madera: una se recubrió con tinta y la otra con barniz. Ambas se caracterizaron, y luego se aplicó la formulación de quitosano con partículas de TiO₂. La quinta probeta fue tratada con esta formulación, y la sexta quedó sin tratamiento. Posteriormente, todas fueron sometidas a radiación UV y vapor de agua para simular condiciones de intemperie, finalizando con las caracterizaciones correspondientes. La concentración de la solución para estas pruebas fue del 0.75%.

Para la aplicación, se utilizó una brocha delgada, aplicando tres capas de la solución; el tiempo de secado varió según el recubrimiento: la probeta con barniz tardó un par de horas en secar, la recubierta con tinta secó en 15 minutos, y la que recibió solo la solución tardó aproximadamente una hora. El mayor tiempo de secado respecto a las pruebas piloto se debió a las condiciones climáticas húmedas durante la aplicación.

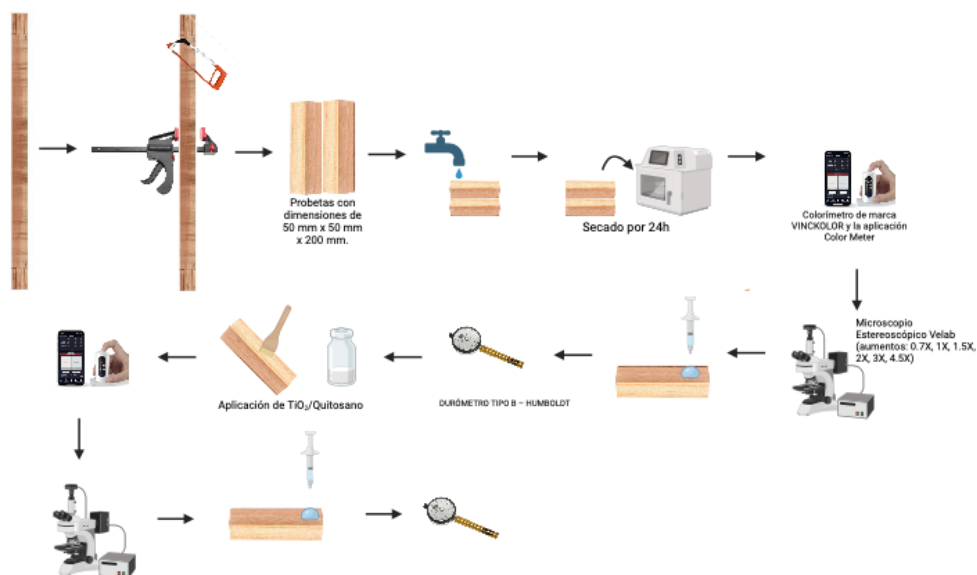


Figura 4: Preparación y caracterización de las probetas de madera. Elaboración propia.

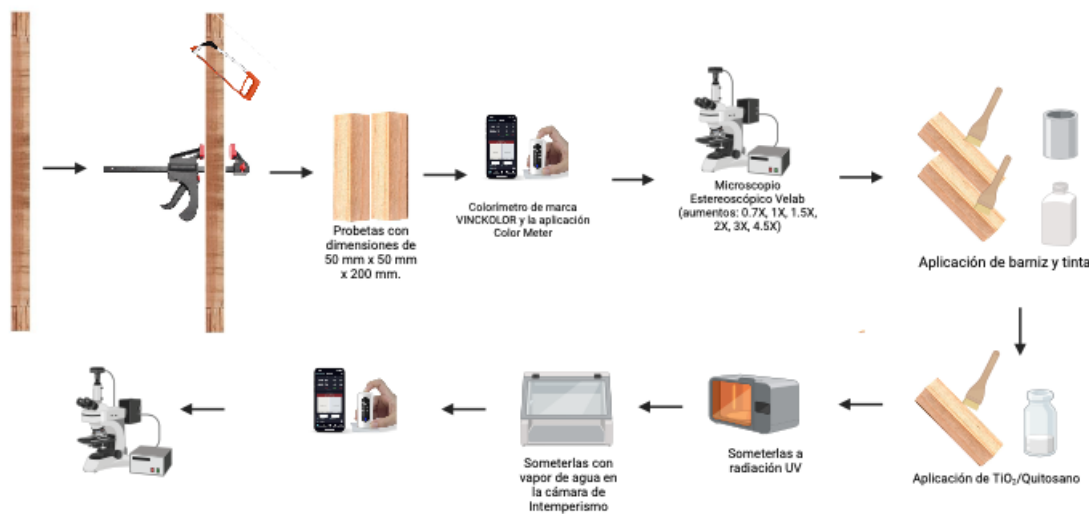


Figura 5: Preparación y caracterización de las probetas de madera para pruebas de intemperismo. Elaboración propia.

Pruebas realizadas

Las pruebas llevadas a cabo fueron:

- **Microscopía:** Las microfotografías son un buen parámetro para observar daño estructural antes de la aplicación y ver qué cambios se daban en la superficie tras la aplicación del tratamiento. Se usaron 2 tipos de microscopios: Microscopio Estereoscópico Velab y Microscopio digital endoscópico; para capturar las imágenes se emplearon los softwares MiCam 1.6 y DLscope (las microfotografías se tomaron con 6 diferentes aumentos: 0.7X, 1X, 1.5X, 2X, 3X, 4.5X).
- **Colorimetría:** En restauración, el cambio de color antes y después de un tratamiento es crucial, pues se requiere que tras la aplicación no sea perceptible un cambio en la colorimetría, según la Comisión Internacional de Iluminación (CIE) $\Delta E < 3$, un valor de menos de 3 no es perceptible para el ojo humano. Por ello, se tomaron muestras de color de las probetas antes y después de la aplicación del tratamiento. Se utilizó un colorímetro de marca VINCKOLOR y la aplicación Color Meter.
- **Dureza:** Con las mediciones de dureza se busca evaluar, antes de nada, el estado inicial del material. Si el material es muy blando, este indicaría signos de degradación, así mismo puede evaluarse una buena compatibilidad del film con el material, también asegurarse de la durabilidad, resistencia y protección del material con la capa de la formulación. Estas mediciones se realizaron con el equipo 9200. DURÓMETRO TIPO B – HUMBOLDT
- **Ángulo de contacto:** Esta prueba consiste en dejar caer una gota de agua sobre la superficie del material, buscando saber que tanta permeabilidad tiene el material en su estado inicial y cuán hidrofóbica se volvió la superficie con la aplicación de la solución propuesta. El ángulo de la gota se mide por ambos lados de esta; si esta resulta con un ángulo menor a 90° se considera una superficie hidrofílica, si hay un ángulo mayor a 90° se considera al material con una superficie hidrofóbica [17].
- **Intemperismo:** En esta prueba, las probetas fueron irradiadas con luz UV, posteriormente fueron llevadas a una cámara de Intemperismo, en la cual fue añadido vapor de agua, todo esto con el fin de observar qué cambios tendría la madera al someterse a estas condiciones y tras ello hacer un análisis con los métodos de caracterización antes mencionados.

Para llevar a cabo las pruebas se diseñó una plantilla de tres puntos que serviría como guía para tomar las mediciones siempre en el mismo punto; para las pruebas de colorimetría y microfotografía se tomaron 3 medidas por cada punto; para las pruebas de dureza y ángulo de contacto solo fue una medida en cada punto.

Resultados y discusión

Colorimetría.

En la práctica, la mayoría de las veces es imposible mantener el color de un producto tras aplicar un material o sustancia que lo recubre, con una fidelidad del 100%, ya que la muestra presentará diferencias mínimas de color en varios puntos; en este caso la madera que se sabe que cuenta con distintas tonalidades e incluso colores dentro de una misma sección.

Con ayuda de la colorimetría se pueden medir y captar estas diferencias de color, en donde se registra el color vasado en 3 distintas coordenadas **L** (luminosidad) **a** (verde - rojo) y **b** (amarillo - azul), y esto nos puede ayudar a definir si la solución vuelve la muestra más luminosa u oscura; o los cambios de coloración entre el verde, rojo amarillo y azul que dan resultado a los observables. Estas variaciones con respecto a las coordenadas **L**, **a**, **b** se describen como ΔE , el cual no debe de sobrepasar el rango de 3 que es el aceptado en restauración y cuando se habla de madera el cual es un material con diversas tonalidades y colores este se puede extender a un 5 [18].

Por esto mismo se utilizó este método de caracterización de las probetas de muestra antes y después de la aplicación. Previamente a la aplicación de la formulación final se analizaron 3 métodos de aplicación, los cuales fueron con brocha, esponja y aerógrafo, utilizando soluciones piloto al 0.50% w/w de partículas de TiO_2 y 0.75% w/w de TiO_2 . Gracias a los resultados obtenido se concluyó que las soluciones aplicadas no generan un cambio significativo en el color, gracias a que entran en el parámetro por debajo del ΔE "3" en colorimetría (tablas 1,2; gráficos 1,2).

Forma de aplicación	ΔE
0.50%	
Brocha	1.19
Esponja	1.31
Aerógrafo	1.71

Tabla 1: Variación de color tras aplicación de formulación a 0.50%

Forma de aplicación	ΔE
0.75%	
Brocha	1.07
Esponja	1.86
Aerógrafo	2.29

Tabla 2: Variación de color tras aplicación de formulación a 0.75%

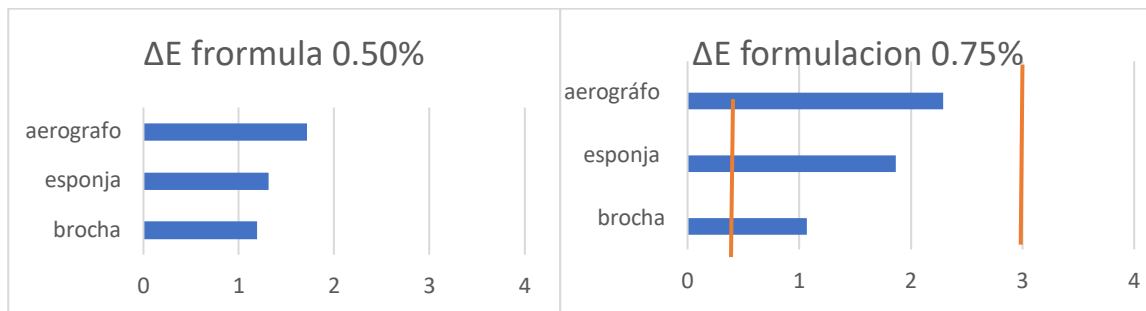


Gráfico 1: Comparación de los métodos de aplicación de formulación 0.50%.

Gráfico 2: Comparación de los métodos de aplicación de formulación a 0.75%.

El ΔE mostrado es generado por un cambio de color representado en las coordenadas **L**, **a**, **b** que dentro de estas los cambios mayoritarios son en el eje **L** y **b**; lo que significa que la aplicación de ambas formulaciones oscurece la muestra de madera y en esta donde se aplicó se volvió un poco más amarillenta; a pesar de esta variación el ΔE está por debajo de 2 con las 3 formas de aplicación; lo cual entra en el rango de variación de

color de 3 que se estableció. Así mismo se demostró que para las formulaciones la manera de aplicación que experimente el cambio de coloración más mínimo es con la brocha ya que para el caso de la solución de 0.50% el ΔE es de 1.19 y para la solución de 0.75% es de 1.07.

En seguida se llevó la aplicación de las soluciones finales 0.75% y 0.50% con ayuda de la brocha en las cuatro caras laterales de las probeta, generadas para la prueba y caracterización de la formulación con las partículas de TiO_2 en donde se obtuvo que ΔE es mucho menor a 3, lo cual indica que el cambio de color con ambas soluciones y la correcta aplicación usando la brocha favorece estos resultados; así mismo se puede observar que la formulación de la solución a 0.50% w/w de TiO_2 genere un cambio de color minoritario en comparación al de la formulación de 0.75% w/w de TiO_2 (tablas 3; gráfico 3).

	ΔE
Formulación 0.50%	0.57
Formulación 0.75%	1.84

Tabla 3: Variación de color tras aplicación de formulación a 0.50% y 0.75%

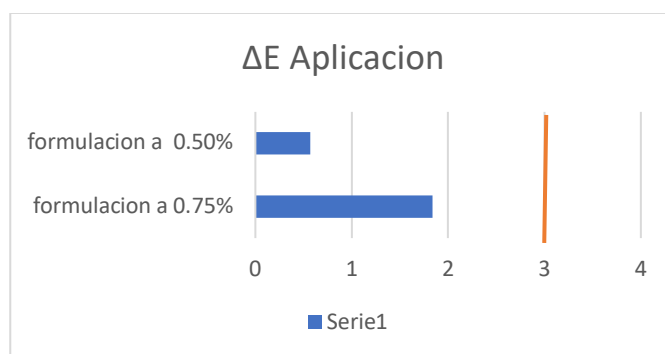


Gráfico 3: Comparación de variación de color de formulación a 0.50% y 0.75%

Los resultados del ΔE son congruentes con los obtenidos en la muestra piloto en donde la variación de color está por debajo de 2; e incluso para la formulación de 0.50% es de 0.57, ambos ΔE fueron generados de igual manera por un cambio mayoritario en el eje L en donde este disminuye lo que indica un oscurecimiento del material, pero que no se puede considerar significativo gracias a que es muy mínimo para ambas formulaciones.

Posteriormente se testearon ambas formulaciones del sistema quitosano con partículas de TiO_2 , sometiendo a las probetas a una serie de ciclos de radiación, irradiándolas con una lámpara de Hg la cual tiene una línea espectral que va de los 254nm a los 576nm abarcando la zona del UV de alta energía y parte del espectro visible, además de lo anterior se sometieron a un ciclo de alta humedad la cual oscila del 100% al 45% de humedad relativa; Estos parámetros se eligieron ya que son dos de los principales agentes de deterioro que dañan tanto la estética como el funcionamiento de la madera, por lo que fue necesario comprobar la eficiencia de la formulación bajo estas condiciones, bajo este mismo esquema se optó por evaluar la interacción de la formulación en madera tratada con métodos tradicionales tales como el uso de barniz y tinte, para observar la interacción y los efectos bajo las condiciones ya citadas.

Esta caracterización de colorimetría es importante ya que permite apreciar si existe cambio significativo o no cuando la formulación está expuesta a condiciones drásticas y ver si esta puede proteger al sustrato de

posibles daños tal como el cambio de color, y poder compararlo con métodos tradicionales para esto fue necesario obtener las ΔE correspondientes para cada caso (tablas 4,5; gráficos 4,5,6).

Como se pueden observar en los ΔE para las pruebas de intemperie de la muestra tratada con barniz y tinta, aquella parte de la probeta que fue expuesto a la radiación UV tuvo un mayor desfase de color y esto se expresa en las coordenadas L, a y b; en donde para el caso del barniz la L y b son las más afectadas; donde L disminuye haciendo el color más oscuro y b aumenta contribuyendo a los matices de amarillos (a) lo que provoca coloraciones violetas o más oscuras.

ΔE antes VS UV (Barniz)		ΔE antes VS UV (Tinta)	
General	3.446879829	General	5.572285338
sin UV	1.720561924	sin UV	2.199578242
con UV	6.781360893	con UV	9.172645929
ΔE UV VS vapor (Barniz)			
General	8.876752096		
sin UV	9.566076637		
con UV	8.398847805		

Tabla 4: Cambio de color después de la aplicación de tratamiento y pruebas de intemperie de probeta con Barniz y Tinta

Estos nuevos colores se vieron afectados al ser sometidos al vapor de agua dentro de un lugar cerrado, en donde todas las coordenadas del punto que se había sometido previamente a la radiación variaron significativamente lo cual provoco que las probetas se oscurecieran mayormente y esto se verifica con el ΔE mayor a 3.

ΔE antes VS quitosano	
General	0.145935678
Punto 1	0.86817177
Punto 2	0.773879118
ΔE Quitosano VS UV (Quitosano)	
General	3.827265125
sin UV	2.967031228
con UV	5.940244103
ΔE UV VS Vapor (Quitosano)	
General	3.56589205
sin UV	5.051902488
con UV	3.442216663
ΔE Antes VS UV (Sin ningún tratamiento)	

General	4.607593069
sin UV	5.286595208
con UV	4.818170469

ΔE Antes VS UV (sin ningún tratamiento)

General	3.65218694
sin UV	1.667806277
con UV	8.355352908

Tabla 5: Cambio de color después de la aplicación de tratamiento y pruebas de intemperie de probeta con Quitosano y sin tratamiento

Para el caso de la probeta tratada solamente con quitosano el ΔE después de la radiación con UV demostró que simplemente oscurece un poco la madera debido a que el único eje en el que varían las coordenadas es el de la luminosidad (L) así mismo fue el de menor cambio de color que, aunque el ΔE sea mayor a 3, al compararlo con el barniz y la tinta es el de menor variación, de igual manera sucede cuando es expuesto al vapor.

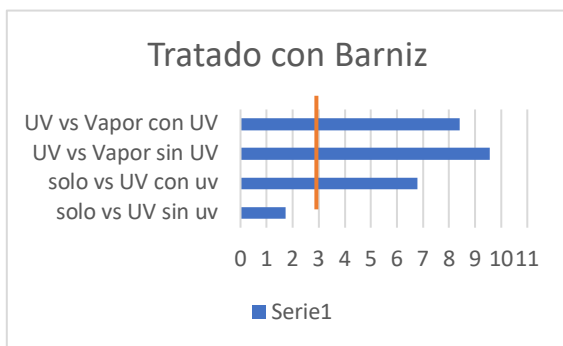


Gráfico 4: Comparación del Cambio de color posterior a las pruebas de intemperie tratadas con Barniz.

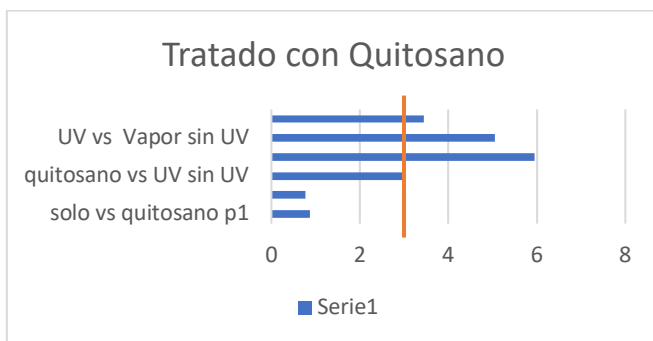


Gráfico 5: Comparación del cambio de color posterior a las pruebas de intemperie tratadas con Quitosano.



Gráfico 6: Comparación del cambio de color posterior a las pruebas de intemperie sin tratar.

Gracias a los resultados podemos concluir que el tratamiento solo con quitosano resiste más daño a la exposición a los rayos UV y esto se comprueba con los datos obtenidos entre el barniz la tinta y la solución de quitosano con partículas de TiO_2 en donde el ΔE entre blanco y UV es menor con la solución; por otro lado, la diferencia entre el ΔE de UV y Vapor es mayor en la solución; lo que demuestra que el cambio provocado por el daño con UV es el menor gracias al porcentaje de 0.75% de TiO_2 y así mismo verifica las características del quitosano ya que este solo genera una capa impermeable que impide el paso de líquido pero permite el intercambio de gases entre el material y el medio ambiente; lo que provoca que la madera pueda respirar pero sin dejar que esta se dañe de una manera desproporcionada por el exceso de agua.

Micrografías

Uno de los motivos principales para hacer micrografías antes y después de aplicar un tratamiento es saber que tanto daño o degradación presenta el material en sus condiciones iniciales y evaluar que fue eficiente, permite comparar el estado inicial de la superficie con el producto final, con evidencia visual de los cambios tras la aplicación de la formulación propuesta. Con la formulación a base de quitosano y partículas de TiO_2 , primeramente, quería conocerse el grado de degradación y daño físico de la madera; tras la aplicación, se esperaba observar una película brillante sobre la superficie de la madera, también se quería conocer que otros efectos tenía sobre la misma.

En la caracterización inicial de las probetas, antes de aplicar cualquier tratamiento, se observaban algunas manchas que se desvanecieron considerablemente después de la aplicación de la solución. Además, las probetas adquirieron un aspecto más uniforme. Por otro lado, no se observó ningún cambio aparente al irradiar y someterlas con vapor de agua en la cámara de Intemperismo.

En la Figura 8, se observa un cambio en la coloración relacionado con la iluminación. La viñeta a) se tomó con un microscopio digital endoscópico, lo que permitió un mejor acercamiento e iluminación. En contraste, la viñeta b) fue capturada con un microscopio estereoscópico.

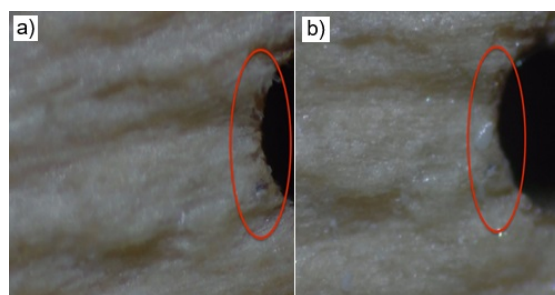


Figura 6: Probeta 1, Punto 1, cara b a) Antes de Tratamiento b) Después de Tratamiento

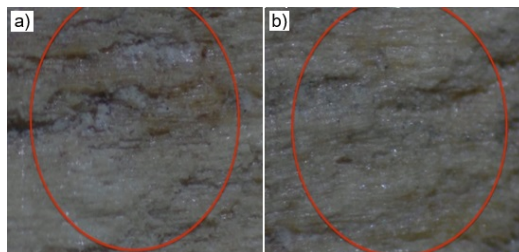


Figura 7: Probeta 1, punto 2, cara a) Antes del tratamiento b) Después del tratamiento

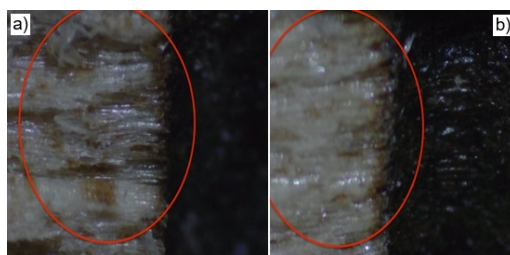


Figura 8: Probeta 2, punto 1, cara d. a) Antes del tratamiento b) Después del tratamiento

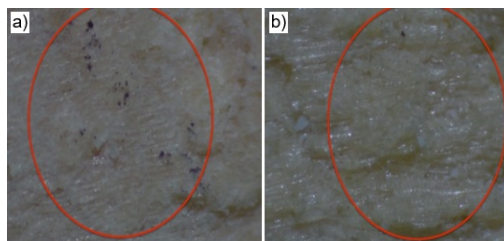


Figura 9: Referencia intemperie a) Antes del tratamiento; b) Después del tratamiento

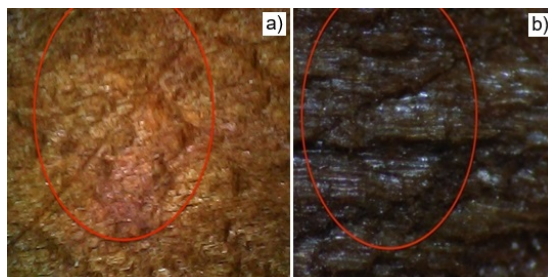


Figura10: Tinta intemperie a) Antes del Tratamiento, b) Después del Tratamiento

Ángulo de Contacto.

Al comenzar con esta prueba, se tomó el ángulo de contacto sobre las probetas antes de aplicar el tratamiento, y en todas se obtuvo un ángulo de contacto igual a cero, ya que la superficie absorbió la gota aplicada sobre la madera, impidiendo tomar una medida comparada por la obtenida tras el tratamiento.

Para obtener el valor del ángulo de contacto sobre las probetas se empleó la prueba de la gota sésil, la medición se llevó a cabo mediante fotografías las cuales fueron procesadas mediante "ImageJ" para obtener el cálculo del ángulo formado por la gota, por lo tanto, se evaluaron los ángulos de cada imagen un total de 5 veces por lado de los cuales se obtuvo un promedio, el cual es el valor reportado.

La figura 11 indica una formulación del 0.75%. Esta reporta un menor ángulo de contacto en la mayoría de las pruebas en comparación con los valores reportados de la figura 15. Como se observa en ambas figuras, los valores de ángulo de contacto son muy dispersos, por lo que hay que comparar los valores más altos y los más bajos obtenidos. Por lo tanto, se obtuvo con mayor ángulo de contacto un valor de 125° de la sección e) figura 12 y 115° de la sección p) figura 15. Mientras que el valor mínimo reportado fue de 55° y 56° para la formulación de 0.75% y 0.5%, respectivamente.

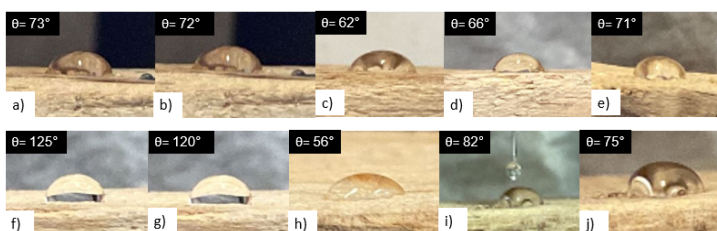


Figura 11: Ángulo de contacto después de la aplicación con formulación 0.75%

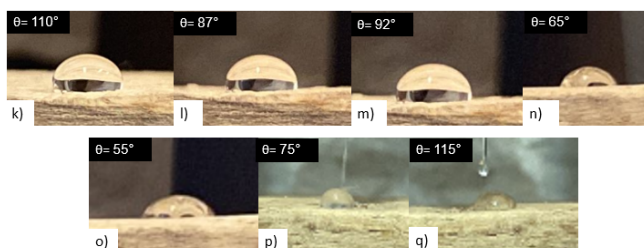


Figura 12: Ángulo de contacto después de la aplicación con formulación 0.5%

Dado que la formulación se hace a base de quitosano, característico por presentar propiedades hidrofóbicas, se esperaba que, tras el tratamiento, el material obtuviera características hidrofóbicas. Sin embargo, para que un material sea considerado hidrofóbico, debe formar un ángulo de contacto $\geq 90^\circ$.

Las probetas que presentaron ángulos de contacto $\geq 90^\circ$ fueron las f) y g) de la figura 11 y las k), m) y q) de la figura 12. Por otro lado, las probetas a), b), e) y j) de la figura 11 y la probeta p) de la figura 15 presentaron ángulos dentro del rango de (75°-71°), mientras que los valores más bajos obtenidos fueron de las probetas c), d) y h) de la figura 11 y las probetas n) y o) de la figura 12 obteniendo valores en un rango de (66°-55°).

La dispersión de los datos obtenidos se debe a dos factores, los cuales solo uno está directamente relacionado con la formulación. El primero es ajeno al tratamiento aplicado, es el nivel de porosidad presentado en la probeta, como puede observarse en ambas figuras, aunque poseen la misma formulación, todas obtuvieron un ángulo de contacto diferente. La porosidad es un factor importante sobre todo al realizar datos estadísticos, ya que influirá en la simetría de la gota y en el valor del ángulo formado.

El segundo factor se debe directamente relacionado con la formulación, ya que se encuentra la posibilidad de que no se presente una distribución uniforme sobre la superficie de las probetas, la cual es dada

principalmente por la viscosidad de la solución pues esta influirá también en el grado de penetración a través de los poros de las probetas tratadas.

Pese a la dispersión de datos obtenidos de cada probeta, formar una gota en la superficie indica el efecto positivo del tratamiento aplicado sobre las probetas, ya que inicialmente se obtuvo un ángulo de contacto igual a cero.

Dureza

Conocer y controlar la humedad y la temperatura durante las pruebas de dureza de la madera es crucial porque estos factores influyen en las propiedades físicas y mecánicas de la madera, como su estabilidad dimensional y la absorción del tratamiento. La madera, teniendo una superficie higroscópica, puede absorber humedad, lo que afecta la dureza y la efectividad del tratamiento con quitosano y partículas de TiO_2 . Además, la temperatura impacta la velocidad de secado del tratamiento y las reacciones químicas involucradas.

	Fecha	Temperatura	Humedad
Antes de tratamiento	28 de junio	26°C	100%
Después de tratamiento	16 de julio	24°C	93%

Tabla 6: Datos tomados de los días 28 de junio y 16 de julio de la página web Super User. (2024). Predicción del tiempo. <http://www.acaug.ugto.mx/index.php/sample-sites> [19]

La menor humedad y temperatura durante la prueba posterior al tratamiento podrían haber contribuido a un secado más efectivo y a una mejor integración del tratamiento en la estructura de la madera, resultando en mayores incrementos de dureza.

Probeta con tratamiento a concentración 0.5%

Dureza			
Cara	Inicial	Con tratamiento	% Intensidad
a	8,0	8.3	4.2
b	8,3	8.7	4.0
c	7,3	8.7	18.2
d	9,0	9.7	7.4
Promedio			8.4
(8,4 ± 6,7)		Desviación estándar	6.7

Probeta con tratamiento a concentración 0.75%

Dureza			
Cara	Inicial	Con tratamiento	% Intensidad
a	4.7	7.3	57.1
b	5.0	6.3	26.7
c	4,3	6.7	53.8

d	4.7	6.0	28.6
Promedio			41.6
(41,6 ± 16,2)	Desviación estándar		16.2

Tabla 7: Captura de datos de dureza antes y después de aplicar tratamiento, cálculo de porcentaje de intensidad, promedio y desviación estándar.

Como observamos en la Tabla 7 para la concentración del 0,5 % del tratamiento, hay un incremento promedio en la dureza y la variabilidad de resultados es alta, lo que sugiere que, aunque hay aumento consistente de la dureza, la magnitud del cambio puede variar según factores específicos de cada muestra. Con un 0,75% de concentración hay una variación muy grande en el incremento de dureza, y esto puede ser beneficioso en aplicaciones donde se requiera mayor resistencia al desgaste y a impactos, pero también sugiere un control más preciso en el proceso de aplicación.

Un aumento en la dureza puede implicar una reducción en la flexibilidad, lo cual podría ser problemático para ciertos usos de la madera restaurada. Los tratamientos aquí evaluados aumentan la dureza y podrían contribuir a una mayor resistencia contra esfuerzos mecánicos sin comprometer significativamente la flexibilidad. Esto es importante ya que una madera excesivamente dura pero quebradiza no sería adecuada para muchas aplicaciones, especialmente en el contexto de la restauración del patrimonio, donde la durabilidad y la capacidad de soportar tensiones mecánicas son vitales.

Conclusiones

Los resultados de esta investigación indican que las soluciones de quitosano con partículas de TiO_2 aplicadas no generan un cambio significativo en el color de las muestras, manteniéndose el valor de ΔE por debajo de 3, que es el umbral aceptable para la restauración de materiales. Esto sugiere que ambos tratamientos preservan la estética original de la madera, lo que es crucial para la restauración y conservación de patrimonio.

Entre las dos concentraciones evaluadas, la formulación con 0.50% de TiO_2 demostró un cambio de color mínimo y fue efectiva cuando se aplicó con brocha de manera adecuada. Sin embargo, la formulación con una concentración de 0.75% de TiO_2 mostró una mayor eficacia en términos de aumento de dureza de la madera. Este incremento en la dureza es notable y contribuye a una mejor resistencia al desgaste y a la degradación, aspectos fundamentales en la preservación del patrimonio de la madera.

Las pruebas de microscopía confirmaron que el tratamiento con quitosano y partículas de TiO_2 mejoró la apariencia superficial de la madera, reduciendo manchas y uniformizando la superficie sin presentar cambios significativos después de la exposición a intemperie. La evaluación del ángulo de contacto indicó una hidrofobicidad de la formulación, aunque la variabilidad en los resultados reflejó la influencia de la porosidad de la madera y la distribución de la solución.

A pesar de los beneficios, es importante considerar el equilibrio entre dureza y flexibilidad al seleccionar la concentración adecuada de la solución. La formulación con 0.75% de TiO_2 , aunque ofrece una mayor dureza, puede reducir la flexibilidad de la madera, lo cual debe ser evaluado según las necesidades específicas del proyecto de restauración. Además, la variabilidad en los resultados debido a factores como la porosidad de la madera y la distribución de la solución debe ser tenida en cuenta para optimizar la aplicación y efectividad del tratamiento.

La combinación de quitosano y TiO_2 representa una alternativa prometedora y ecológica para la protección de la madera, ofreciendo beneficios significativos en términos de durabilidad y preservación sin comprometer significativamente su apariencia o funcionalidad.

Agradecimientos

Los autores agradecen a la Ing. Miriam Gordillo por prestarnos espacio y herramientas para facilitar el corte de las probetas, al Dr. Ramón Antonio Zárraga Núñez por brindar asesoría del proyecto, al I.Q. Jorge Antonio Palafox Segoviano por su apoyo en asesoramiento y coordinación de espacios para la realización de análisis. Finalmente, expresamos nuestra gratitud a MRSM. Gilberto Guzmán Álvarez por su tiempo, apoyo, enseñanzas y liderazgo. Su compañía y coordinación fueron fundamentales durante todo el desarrollo del proyecto.

Bibliografía/Referencias

1. Rabea, E.I., Badawy, M.E., Stevens, C.V., Smaghe, G., & Steurbaut, W. (2003). *Chitosan as Antimicrobial Agent: Applications and Mode of Action*. Extraído de la página web: ACS, Publications. <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/bm034130m>
2. Dutta, P. K., Dutta, J., & Tripathi, V. S. (2003, November 30). *Chitin and chitosan: Chemistry, properties and applications*. ResearchGate; unknown. https://www.researchgate.net/publication/242294346_Chitin_and_chitosan_Chemistry_properties_and_applications
3. Inmaculada Aranaz, Harris, R., & Heras, A. (2010). Chitosan Amphiphilic Derivatives. Chemistry and Applications. *Current Organic Chemistry*, 14(3), 308–330. <https://doi.org/10.2174/138527210790231919>
4. Rajeswari, R., & Sailaja, R.R.N. (2014). "Chitosan/titanium dioxide nanocomposite films: Enhanced properties and applications". *International Journal of Biological Macromolecules*, 68, 86-93.
5. Tesis: Palafox Segoviano, J. A. (2023, 30 de noviembre). "Consolidantes de base de quitosano – nanopartículas de hidróxido de calcio para la conservación del patrimonio construido de materiales cal-arena-marmolina" (pp. 25-26).
6. Clausen, C. (n.d.). Biodeterioration of Wood. https://www.fpl.fs.usda.gov/documnts/fplgtr/fplgtr190/chapter_14.pdf
7. Nuevo tratamiento que mejora la conservación de edificios históricos. (2021, March 7). Nuevo Tratamiento Que Mejora La Conservación de Edificios Históricos | Universidad de Granada. <https://www.ugr.es/universidad/noticias/nuevo-tratamiento-que-mejora-la-conservacion-de-edificios-historicos>
8. García, M. et al. (2018). "Aplicación de quitosano en la conservación de bienes culturales de madera". *Revista de Conservación de Patrimonio*, 34, 45-58.
9. Rowell, R. M. (2005). *Handbook of Wood Chemistry and Wood Composites*. CRC Press. <https://www.routledge.com/Handbook-of-Wood-Chemistry-and-Wood-Composites/Rowell/p/book/9781032099163>
10. Abdelbasset El Hadrami, Adam, L. R., Ismail El Hadrami, & Fouad Daayf. (2010). Chitosan in Plant Protection. *Marine Drugs*, 8(4), 968–987. <https://doi.org/10.3390/md8040968>
11. Mercedes, D., Cruz, G., & Salmerón Sánchez, M. (n.d.). Materiales macroporosos biodegradables basados en quitosano para la ingeniería tisular Tesis presentada por. Retrieved July 24, 2024, from <https://riunet.upv.es/bitstream/10251/4327/1/tesisUPV2973.pdf>
12. Centennial Edition Wood Handbook. (n.d.). https://www.fpl.fs.usda.gov/documnts/fplgtr/fpl_gtr190.pdf
13. Search Page | SpringerLink. (n.d.). Link.springer.com. Retrieved July 24, 2024, from <https://link.springer.com/search?new-search=true&query=wood>
14. "Microscopic analysis of wood structure: An introduction for conservation scientists" by E. Cabral, M. González. *Studies in Conservation*, Volume 56, Issue 2, 2011, Pages 116-126.
15. Goncalves, D. Rocco Lahr, FA. (2020). Deterioration and preservation of wood by using natural preservatives of potential interest in Brazil. *Scientific Electronic Library Oline*, bosque 41(3): 213-220. DOI: <https://www.scielo.cl/pdf/bosque/v41n3/0717-9200-bosque-41-03-213.pdf>
16. Correa Guerra, D. M., Sánchez Saldaña, M. F., Calvillo Zacarias D., González Hermosillo M.I., Waldo López L., Hernández Segoviano, M.D., Ybarra Rangel, J. M., Guzmán Álvarez, G., Palafox Segoviano J.A., Zárraga Núñez, R.A. (2024). Síntesis de partículas de TiO₂ por el método sol-gel y formulación del sistema TiO₂/Quitosano asistidas por ultrasonido. 4-5.
17. Arkles, B. (2006). Hydrophobicity, Hydrophilicity and Silanes, Page 118.
18. Hiller, G. (s/f). Distancias en color, metamerismo y ecuaciones practicas sobre color. Datacolor.
19. Super User. (2024). Predicción del tiempo. Upto.mx. <http://www.acaug.ugto.mx/index.php/sample-sites>