Relación Técnica

de los Productos Consolidantes ESTEL 1000 y ESTEL 1100 de la Empresa C. T. S. s.a.s. - Altavilla Vicentina (VI)

C.T.S. ESPAÑA
Productos y Equipos para la Restauración, S.L.
C/. Monturiol, 9 - Pol. Ind. San Marcos
28906 GETAFE (Madrid)
Tel.: +34 91 601 16 40 (4 líneas) - Fax: +34 91 601 03 33
www.ctseurope.com · E-mail: cts.espana@ctseurope.com

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI TRENTO

DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA DEI MATERIALI

RELACION TECNICA

La presente relación se refiere a una busqueda tecnológica sobre los productos consolidantes **ESTEL 1000** y **ESTEL 1100** que ha sido conducida en el ámbito de una colaboración entre la Empresa C.T.S. s.a.s. - Altavilla Vicentina (VI) y el Laboratorio de Química y Ceramurgia del Departamento de Ingegneria dei Materiali de Trento.

Responsables de la relación por parte de la universidad:

Prof. **Giovanni Carturan** (Ordinario di Chimica)
Prof. Ing. **Gian Domenico Sorarù** (Prof. Ass. di Chimica Applicata)
Ing. **Fabiano Vulcan**

Responsables de la relaciónencargados da la Empresa C.T.S. s.a.s.:

Dott. Chim. **Emilio Urbani** (R & C Scientifica S.r.l.)
Dott. Geol. **Vito Meggiolaro** (R & C Scientifica S.r.l.)

Trento 20 de Diciembre de 1993

Relación Técnica

de los Productos Consolidantes ESTEL 1000 y ESTEL 1100

de la Empresa C. T. S. s.a.s. - Altavilla Vicentina (VI)

El producto **ESTEL 1000** se utiliza para la consolidación de piedras naturales de variada naturaleza y para elementos como ladrillos, terracotas y revocos.

El producto **ESTEL 1100** se comercializa como un producto con propiedades hidrofugantes y consolidantes para los mismos materiales.

Con el fin de establecer las características de estos productos para las finalidades de utilización propuestas, han sido ejecutados sobre ambos una serie de pruebas técnicas para determinar: A - la composición química y las características físicas; B - la andadura de la viscosidad en el tiempo; C - el area superficial especifica y la porosidad del producto solidificado; D - la morfología del producto solidificado.

Producto ESTEL 1000

A - COMPOSICÍON QUÍMICA Y CARACTERÍSTICAS FÍSICAS DEL PRODUCTO ESTEL 1000

Principio activo	Tetra-etil-orto-silicato
Contenido principios activos (%)	75
Disolvente	White Spirit D40
Viscosidad (cp 20°C)	4,9
Densidad (Kg/l)	0,95
*Residuo seco (%)	40

(*) Determinación eseguida según normativa BRITISH BOARD OF AGRUEENT STANDARD (BBA)

B - DETERMINACIÓN DE LA ANDADURA DE LA VISCOSIDAD DEL PRODUCTO ESTEL 1000 EN EL TIEMPO

La prueba ha sido realizada directamente sobre el producto utilizando el viscosimetro MC-10 Physica. El líquido espuesto a la humedad sufre hidrolisis seguida por condensación de las unidades silicicas y formación final de SiO_2. La cinética del proceso depende de varios factores (temperatura, concentración del ester del ácido silicico, humedad relativa, naturaleza del disolvente) [1] que pueden influir en el tiempo de elaboración y puesta en obra del producto. El diagrama viscosidad contra tiempo, obtenido con humedad relativa del 65% a 19°C, para el producto simplemente espuesto al aire es reproducido en la Fig. B/1.

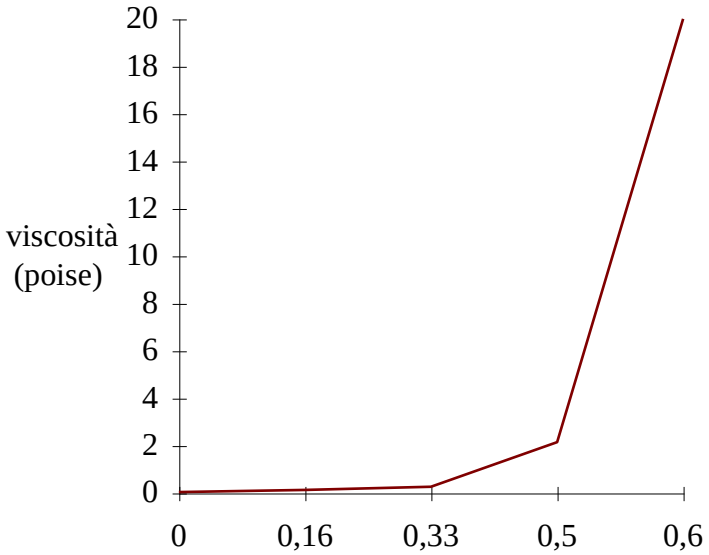

Fig. B/1 - Diagrama

Ha sido elegida como escala temporal el tiempo reducido que tiene valor 1 en correspondencia de η>100 Pa s^{-1} a lo que corresponde el tiempo de formación del gel con perdida de fluidez del producto [2-4].
En el caso de **ESTEL 1000** el tiempo de gelificación medido es de 36 ±2 horas. Dicho resultado indica que el tiempo de trabajo del producto espuesto a la atmosfera es compatible con el horario normal de trabajo y que la formación del gel empieza despues de 36 horas da la aplicacion ; obviamente la acción consolidante empieza 36 horas despues de la aplicación del producto recien abierto.

C - DETERMINACION DE EL AREA SUPERFICIAL ESPECIFICA Y DE LA POROSIDAD DEL PRODUCTO ESTEL 1000 SOLIDIFICADO

El area superficial especifica ha sido medida con el metodo BET (N_2) utilizando el instrumento Sorptomatic Carlo Erba. La muestra del producto solidificado despues de la esposición del liquido a la atmosfera presenta a los 15 dias una area de 5,6 m^2g^{-1}. La misma muestra calentada a 130 °C para dos horas tiene una area de 28,0 m^2g^{-1}.
La porosidad y la distribución de los poros han sido medidas con el instrumento Porosimeter 2000 Carlo Erba. La primera es de 41,9 mm^3g^{-1} a la que corresponde una area superficial especifica de 6,3 m^2g^{-1} admitiendo geometria cilindrica de los poros.

Como se puede observar en la figura se aprecia una importante presencia de microporos hasta 20 nm de diametro, seguida da macroporos de 600 nm hasta 1800 nm con presencia minima de medioporos entre 20-500 nm.

Los datos cualifican el material consolodado como material que garantiza inalteradas las propriedades del soporte (piedra natural,revoco),ya que la presencia de microporos y macroporos permite al material de poder ***respirar***. Al mismo tiempo la escasez de medioporos sugiere una acción protectiva frente a los agentes atmosfericos contaminantes.

D - ESTUDIO A MEDIO DE MICROSCOPIO ELECTRONICO DE BARRIDO (SEM) DE LA MORFOLOGIA DE UNA MUESTRA DE PRODUCTO ESTEL 1000 SOLIDIFICADO

Una muestra de producto solidificado despues de 28 dias ha sido analizada utilizando un microscopio electronico Cambridge Stereoscan (Foto D/1). La microfotografia reproducida muestra un material con amplias y profundas fisuras.

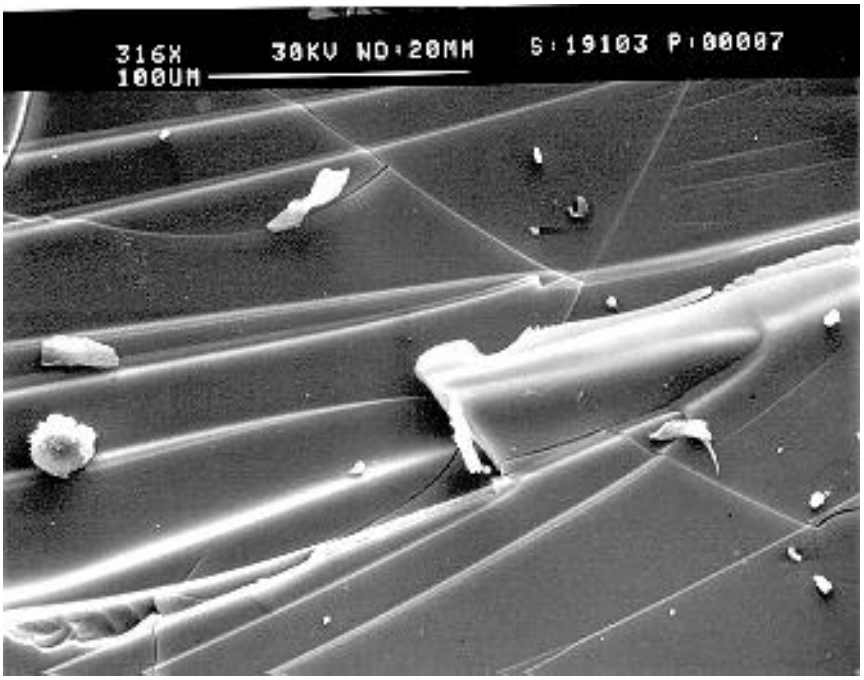

Foto D/1 - Microfotografia al microscopio electronico de barrido (SEM), 316x.

Estos datos indican que el producto solidificado sobrante de la cuantidad penetrada en el soporte se puede facilmente eliminar de la superficie en forma de polvo por simple soplado o con un cepillo. Esta es una caracteristica propia de los productos solidificados obtenidos da esteres silicicos despues de una hidrolisis y condensacion causada por la presencia de tensión entre superficie y cuerpo del material [5,6]. La presencia de esta situación de tensión se reduce notablemente en el caso donde el espesor del gel solidificado sea de pocos μ . En este caso gracias al modulo elástico mucho mas bajo que el del material a consolidar ($\approx$ 5 GPa) y gracias a la fuerte unión química que se forma entre gel y soporte el producto está en condiciones de aguantar pequeñas deformaciones de la estructura ejerciendo una importante **acción consolidante**.

Producto ESTEL 1100

A - COMPOSICION QUIMICA Y CARACTERISTICAS FISICAS DEL PRODUCTO ESTEL 1100

Principios activos	Tetra-etil-orto-silicato; Silossani Oligomeri
Contenido principios activos (%)	75
Dissolvente	White Spirit D40
Viscosidad (cp 20°C)	5,1
Densidad (Kg/l)	0,95
*Residuo seco (%)	40

(*) Determinacion eseguida segun normativa BRITISH BOARD OF AGRUEENT STANDARD (BBA)

B - DETERMINACION DEL ANDADURA DE LA VISCOSIDAD DEL PRODUCTO ESTEL 1100 EN EL TIEMPO

La prueba ha sido realizada directamente sobre el producto utilizando el viscosimetro MC-10 Physica. El líquido espuesto a la humedad de la atmosfera sufre hidrolisis seguida da condensacion de las unidades silicicas y formación final de SiO_2. La cinetica del proceso depende da numerosos factores (temperatura, concentracion del ester del acido silicico, humedad relativa, naturaleza del disolvente) [1] que pueden influir en el tiempo de elaboración y puesta en obra del producto. El diagrama de la viscosidad en el tiempo, obtenido con humedad relativa del 65% a 19°C, parar el producto simplemente espuesto al aire ha sido reproducido en Fig. B/1.

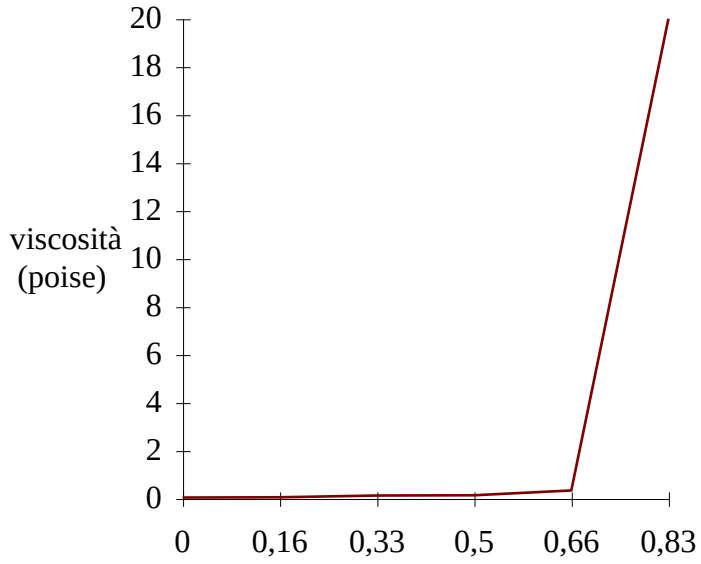

Fig. B/1 - Diagrama

en el caso de **ESTEL 1100** el tiempo de gelificación es de 38 ± 2 horas Dicho resultado indica que el tiempo de elaboración del producto espuesto a la atmosfera es compatible con el horario normal de trabajo y que la formación del gel empieza despues de 38 horas de la aplicación; obviamente la acción consolidante empieza 38 horas despues de la aplicación del producto recien abierto .

C - DETERMINACION DEL AREA SUPERFICIAL ESPECIFICA Y DE LA POROSIDAD DEL PRODUCTO ESTEL 1100 SOLIDIFICADO

El area superficial especifica ha sido medida con el metodo BET (N_2) utilizando el instrumento Sorptomatic Carlo Erba, sobre el producto solidificado despues de 15 dias .El area resulta de 13 m^2g^{-1} para la muestra calientada a 80°C; no ha sido posible efectuar la prueba con temperatura ambiente ya que el material al vacio suelta productos volatiles y solo a 80°C resulta posible efectuar una medicion realista partiendo de la muestra bajo vacio compatible con el sistema de medición .

La porosidad resulta de 43,7 mm^3g^{-1} a la que corresponde una area superficial especifica de 7,6 m^2g^{-1}.

Se observa una importante presencia de microporos hasta 50 nm y entre 2000 y 6000 nm.
Estos datos indican que el material solidificado permite al soporte (piedra natural, revoco, etc.) estar en contacto con la atmosfera a traves de la porosidad dedida a los macroporos . La falta de medioporos permite al mismo tiempo a proteción del soporte de los agentes atmosfericos contaminantes .

D - ESTUDIO A MEDIO DE MICROSCOPIO ELECTRONICO DE BARRIDO (SEM) DE LA MORFOLOGIA DE UNA MUESTRA DE PRODUCTO ESTEL 1100 SOLIDIFICADO

Una muestra de producto **ESTEL 1100** solidificado despues de 28 dias ha sido analizada utilizando un microscopio electronico Cambridge Stereoscan (Foto D/1). La microfotografia aqui reproducida muestra una evidente fisuración del material.

Foto D/1 - Microfotografia al microscopio electronico de barrido (SEM), 50,6x.

Este resultado indica que el producto solidificado en exceso respeto a la cuantidad penetrada en el soporte se puede facilmente eliminar de la superficie en forma de polvo, probablemente por simple soplado o por medio de un cepillo.Esta es una caracteristica propia de los productos solidificados obtenidos de esteres silicicos despues de una hydrolisis y posterior condensacion causada por la presencia de tensión entre superficie y cuerpo del material [5,6]. La presencia de estas tensiones es notablemente reducida en el caso en que el espesor del gel solidificado sea de pocos μ . En este caso , gracias al

modulo elastico mucho mas bajo que el del material a consolidar (≈ 5 GPa) y gracias a la fuerte unión química entre gel y soporte , el gel está en condiciones de soportar pequeñas deformaciones de la estructura ejerciendo una importante **acción consolidante**. La simultanea presencia en cadena polimerica del gel de unidades siloxanicas hidrofugas permite obtener sobre las superficies tratadas una eficaz **acción hidrofugante** protegiendolas de la acción de los agentes atmosfericos.

BIBLIOGRAFIA

[1] C. J. Brinker, G. W.Scherer, "Sol-Gel Science" Academic Press, Inc., San Diego, California, 1990.

[2] U. Brenna, G. Carturan, G. D. Sorarù, "Rheological behaviour of solutions affording SiO_2 and SiO_2/ZrO_2 fibers", J. Non-Cryst. Sol. **134** (1991) 191-198.

[3] S. Sakka, in Sol-Gel Technology for thin films, Fibers, Preforms, Electronics and Specialty Shapes, ed. Lisa Klein (Noyes, New Jersey, 1988) ch. 7, p. 140.

[4] M. D. Sacks, R. S. Sheu, J. Non-Cryst. Sol. **92** (1987) 383.

[5] C. J. Brinker, G. W.Scherer, "Sol-Gel Science" Academic Press, Inc., San Diego, California, 1990, Capitolo 8, p. 453.

[6] "Vickers Crack Nucleation of Glass Sheets Coated by Thin SiO_2 Gel Layers", R. Dal Maschio, A. Pegoretti, C. Rizzo, G.D. Sorarù, G. Carturan, J. Am. Ceram. Soc., **72** (1989) 2388-90.

C.T.S. ESPAÑA
Productos y Equipos para la Restauración, S.L.
C/. Monturiol, 9 - Pol. Ind. San Marcos
28906 GETAFE (Madrid)
Tel.: +34 91 601 16 40 (4 líneas) - Fax: +34 91 601 03 33
www.ctseurope.com · E-mail: cts.espana@ctseurope.com