

SÍNTESIS DE PARTÍCULAS COLOIDALES DE $\text{Ca}(\text{OH})_2$ CON POTENCIAL USO PARA LA CONSERVACIÓN DE MATERIALES DE VALOR PALEONTOLÓGICO Y ARQUEOLÓGICO

Leonel Waldo López ^a, Francisco Natanael Zavala Manzano ^b, Lizbeth Adriana García Murrieta ^a, Vania Renata Medrano Ramírez ^a, Martín Gasca Mota ^b, Gilberto Álvarez Guzmán ^c, Antonio Guerra Contreras ^{c,*}

^a Licenciatura en Química, Departamento de Química, División de Ciencias Naturales y Exactas, Campus Guanajuato, Universidad de Guanajuato, Noria Alta s/n 36050, Guanajuato, Gto., México.

^b Licenciatura en Químico Farmacéutico Biólogo, Departamento de Farmacia, División de Ciencias Naturales y Exactas, Campus Guanajuato, Universidad de Guanajuato, Noria Alta s/n 36050, Guanajuato, Gto., México.

^c Departamento de Química, División de Ciencias Naturales y Exactas, Campus Guanajuato, Universidad de Guanajuato, Noria Alta s/n 36050, Guanajuato, Gto., México. Email para correspondencia: ja.guerra@ugto.mx

Resumen

El presente estudio aborda la síntesis de partículas coloidales de hidróxido de calcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) con potencial aplicación en la conservación de materiales orgánicos degradados de interés paleontológico y arqueológico, como huesos o cornamentas. Se desarrollaron dos rutas de obtención: una vía sintética controlada, basada en el método de Baglioni, y otra a partir de la calcinación de cascarones de huevo, un residuo agroalimentario abundante. Ambas metodologías permitieron obtener partículas coloidales, las cuales fueron caracterizadas mediante análisis de Dispersión de Luz Dinámica (DLS) para determinar su tamaño hidrodinámico promedio, y espectroscopía de infrarrojo por reflectancia total atenuada (FTIR-ATR) para estudiar su composición química. Este trabajo sienta las bases para futuras investigaciones que evalúen la aplicación directa de estas partículas en la consolidación de restos paleontológicos, en el marco de una conservación más responsable, accesible y respetuosa con el medio ambiente.

Palabras clave: Partículas coloidales de hidróxido de calcio; conservación paleontológica; cascarón de huevo; método Baglioni.

SYNTHESIS OF COLLOIDAL $\text{Ca}(\text{OH})_2$ PARTICLES WITH POTENTIAL USE FOR THE CONSERVATION OF PALEONTOLOGICAL AND ARCHAEOLOGICAL VALUE MATERIALS

Abstract

This study addresses the synthesis of colloidal calcium hydroxide ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) particles with potential application in the conservation of degraded organic materials of paleontological and archaeological interest, such as bones and antlers. Two production routes were developed: a controlled synthetic route based on the Baglioni method, and another based on the calcination of eggshells, an abundant agri-food waste product. Both methodologies yielded colloidal particles, which were characterized using Dynamic Light Scattering (DLS) analysis to determine their average hydrodynamic size, and Attenuated Total Reflectance Infrared Spectroscopy (FTIR-ATR) to study their chemical composition. This research paves the way for future studies on using these particles to consolidate paleontological remains, promoting environmentally responsible conservation practices.

Keywords: Colloidal particles; calcium hydroxide; paleontological conservation; eggshell; Baglioni method.

1. Introducción

La preservación del patrimonio paleontológico y arqueológico no solo es esencial para comprender la historia evolutiva de la vida en la Tierra, sino también para garantizar que las generaciones futuras puedan acceder a estos valiosos registros del pasado. Sin embargo, debido a su naturaleza orgánica-inorgánica, una de las principales alteraciones que presentan estos materiales es la desmineralización, la cual puede deberse a factores climáticos, a las características del suelo donde están depositados o a procesos antropogénicos, entre otros (Díaz-Cortés et al., 2021; Escudé González, 2016).

De acuerdo con Martín Castellano y Pozo Canales (2016) y Escudé González (2016), desde mediados del siglo XX hasta hoy, la consolidación de materiales óseos, ya sean fósiles o subfósiles, se ha basado principalmente en el empleo de resinas poliméricas (Paraloid B-72) o el uso de algunos alcóxidos de silicio o silicatos de etilo (Estel 1000) los cuales requieren el uso de solventes orgánicos para su aplicación. Sin embargo, este tipo de productos presenta ciertas limitaciones, entre las que destacan los problemas derivados de su envejecimiento y su posible interferencia con métodos

analíticos utilizados para estudios posteriores de los restos. En este contexto, la aplicación de tecnologías basadas en nanomateriales ha emergido como una estrategia prometedora para su estabilización y preservación. Un ejemplo es el uso de partículas de hidróxido de calcio, las cuales han captado interés debido a que representan una alternativa innovadora y menos invasiva para la consolidación del material óseo fósil, destacando sus propiedades químicas de compatibilidad con la matriz ósea y su capacidad para penetrar en estructuras porosas, convirtiéndolas en una opción ventajosa frente a consolidantes tradicionales, especialmente cuando se quiere conservar tanto la estructura física como el potencial científico del fósil.

Es por eso por lo que el presente trabajo muestra los resultados de la síntesis de partículas de hidróxido de calcio mediante dos métodos: a partir de la calcinación del cascarón de huevo y por el método Baglioni (Baglioni y col., 2013). Aunque en esta etapa no se analiza la aplicación de las partículas a materiales deteriorados, se sientan las bases experimentales necesarias para una futura evaluación de su eficacia como agentes de consolidación en materiales queratínicos degradados.

2. Desarrollo Experimental

2.1 Método Baglioni (Síntesis directa de $\text{Ca}(\text{OH})_2$)

Las partículas de hidróxido de calcio se obtuvieron mediante una reacción estequiométrica entre una solución de NaOH 0.6 M y una solución de CaCl_2 0.3 M, bajo atmósfera inerte, basada en el método propuesto por Baglioni (Álvarez Guzmán y col., 2017; Baglioni y col., 2013; Giorgi y col., 2002; Martínez Piñeiro y col., 2021).

La Figura 1 muestra el diagrama de síntesis, el cual consta de un matraz balón de dos bocas, calentado a 90 °C mediante un baño de aceite. En una de las bocas se conectó un condensador unido a una línea Schlenk para mantener una atmósfera de nitrógeno, y en la otra boca, se colocó una septa de silicona por la cual se inyectaron los reactivos. Se introdujo la solución de NaOH con agitación y se purgó con nitrógeno gas. Luego, se añadió gota a gota la solución de CaCl_2 a través de la septa (1 mL/min). Tras la adición, se agitó por 10 minutos más y se dejó reposar a temperatura ambiente durante una hora.

Finalmente, se descartó el sobrenadante y se lavó la suspensión con agua desionizada, tras el lavado se llevó a centrifugación (10,000

rpm, 10 min) y se tomó una alícuota de la fase acuosa a la cual se le agregó AgNO_3 para verificar la eliminación del cloruro de sodio que se forma en la síntesis. Este paso se repitió las veces necesarias hasta que no hubiese presencia de precipitado al agregar nitrato de plata.

Las partículas obtenidas se almacenaron bajo atmósfera de nitrógeno para evitar su conversión a carbonato de calcio.

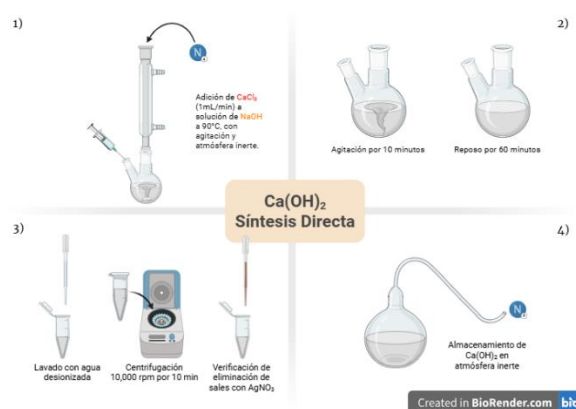


Figura 1: Diagrama ilustrativo de síntesis directa de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ por el método Baglioni.
Fuente: Elaboración propia.

2.2 Síntesis a partir de cascarón de huevo (Calcinación)

Para la obtención de las partículas a partir de cascarón de huevo se siguió el procedimiento que se muestra en la Figura 2. Como primer paso, se procedió a limpiar el cascarón de huevo con etanol y acetona con la finalidad de

retirar la membrana interna de éste; posteriormente, se dejó secar a temperatura ambiente y se molió en mortero y molino de bolas a 80 rpm por tres horas. Finalmente, se llevó a cabo un proceso de calcinación realizando dos curvas de calentamiento, la primera a 350 °C para eliminar compuestos orgánicos residuales, y posteriormente, se incrementó la temperatura hasta 950 °C para obtener el óxido de calcio (CaO), que después fue suspendido en isopropanol mediante el uso de una columna (Martínez Piñeiro y col., 2021; Tchakouté y col., 2017).



Figura 2: Diagrama ilustrativo de síntesis de Ca(OH)_2 a partir de cascarón de huevo. Fuente: Elaboración propia.

Tras reposo, la columna fue dividida en tres secciones, las cuales se etiquetaron como:

- NP- Ca(OH)_2 -S (partículas pequeñas, fracción superior).

- NP- Ca(OH)_2 -M (partículas medianas, fracción intermedia).
- NP- Ca(OH)_2 -L (partículas grandes, fracción inferior).

Para la caracterización de los sistemas obtenidos por las síntesis antes descritas se utilizó la técnica de dispersión de luz dinámica (DLS) empleando el equipo ZetaSizer ZS de Malvern Instrument para medir el tamaño promedio de partícula, además de lo anterior se caracterizaron las partículas por espectroscopia de infrarrojo por transformada de Fourier con reflectancia total atenuada (FTIR-ATR) de la marca Perkin Elmer para determinar la presencia de las bandas de absorción correspondientes a la vibración de los enlaces O-H y Ca-O, las cuales son características de estos materiales, así como identificar la posible presencia del ion carbonato, evidenciando la formación de CaCO_3 lo que indicaría un proceso de apaciguamiento rápido de las partículas sintetizadas.

3. Resultados y Discusión

3.1 Análisis de tamaño de partícula por DLS

Los tamaños hidrodinámicos promedio obtenidos mediante Dispersión de Luz Dinámica (DLS) se muestran en la Tabla 1.

Aunque se esperaba que las partículas de la fracción inferior fueran las mayores, los datos de DLS indicaron que la fracción intermedia (NP-Ca(OH)₂-M) tiene el mayor tamaño promedio, debido a que comienzan a aglomerarse, pero aún se mantienen estables o parcialmente estables en el medio; por lo que el láser las detecta como una sola partícula, pero de mayor tamaño. Con base en lo anterior, se sugiere utilizar ultrasonido para su mejor dispersión previo al estudio.

Tabla 1: Tamaño promedio de partícula de los materiales sintetizados.

Muestra	Tamaño promedio (nm)	Desviación estándar (nm)
NP-Ca(OH) ₂ -S	352.95	±31.10
NP-Ca(OH) ₂ -M	1445.00	±186.33
NP-Ca(OH) ₂ -L	506.75	±45.67
Ca(OH) ₂ -B-2	1890.50	±249.33

La fracción superior presentó partículas con menor tamaño (352 nm), lo cual era de esperarse.

3.2 Análisis por FTIR-ATR

Ambas muestras (método Baglioni y calcinación) mostraron señales características del Ca(OH)₂ amorfo: banda ancha OH (3300–2900 cm⁻¹), deformación Ca–O (~950 cm⁻¹), y otras en ~560 y ~485 cm⁻¹. También se observaron bandas de carbonato (1466, 1407, 870 y 816 cm⁻¹), atribuibles a carbonatación secundaria post-síntesis. La ausencia de la señal de OH libre a ~3640 cm⁻¹ confirma que no se trata de Ca(OH)₂ cristalino.

NP-Ca(OH)₂ presentó mayor complejidad en 1370–1300 cm⁻¹, con señales atribuibles a mezclas polimórficas de CaCO₃ (Figura 4).

Ca(OH)₂-B-2 presentó un espectro más limpio, con señal de agua adsorbida a 1646 cm⁻¹, y una menor carbonatación, lo que sugiere una mayor estabilidad atmosférica de las partículas y un mejor control durante el proceso de síntesis (Figura 3).

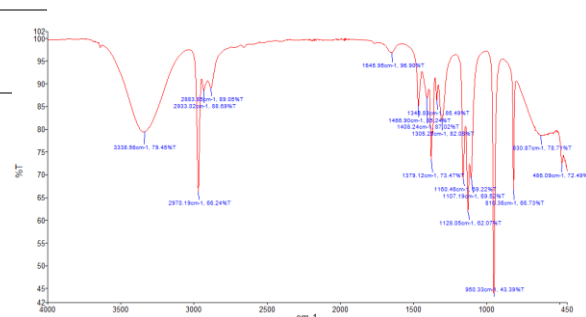


Figura 33: Espectro IR de Ca(OH)₂-B-2. Método Baglioni

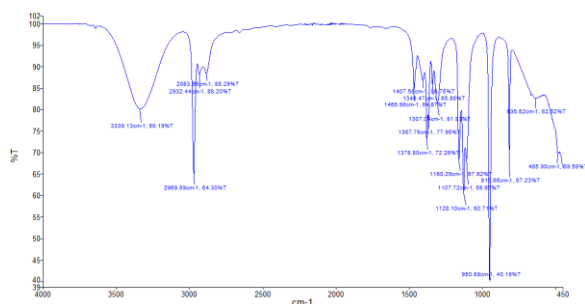


Figura 4 4: Espectro IR de Ca(OH)_2 . Síntesis a partir de cascarón de huevo

4. Conclusiones

Este estudio demuestra que es posible obtener partículas coloidales de hidróxido de calcio tanto por la ruta de síntesis más reportada (método Baglioni) como partiendo de residuos naturales, como el cascarón de huevo. La primera metodología permitió obtener partículas de mayor homogeneidad y menor presencia de carbonato residual, mientras que el método basado en cascarón de huevo ofrece ventajas sostenibles, aunque requiere un mayor control post-síntesis para minimizar la carbonatación.

Los análisis por DLS y FTIR-ATR permitieron caracterizar tanto el tamaño como la composición química de las muestras, evidenciando que la elección del método influye significativamente en las propiedades del producto final. Estudios de

Microscopia Electrónica de Transmisión (TEM) y Difracción de Rayos X (XDR) están en marcha para analizar la morfología y la fase cristalina de las partículas, respectivamente.

En el futuro, estas nanopartículas podrán aplicarse como agentes de consolidación en materiales paleontológicos degradados, especialmente en aquellos con matriz queratínica, donde su tamaño y pureza determinarán su eficacia.

Este trabajo establece una base sólida para el desarrollo de tecnologías accesibles, sostenibles y eficaces en la conservación del patrimonio paleontológico, combinando innovación, ciencia de materiales y responsabilidad ambiental.

Agradecimientos

Agradecemos a la Dra. María del Pilar González Muñoz y al Dr. Gustavo Cruz Jiménez por las facilidades otorgadas en el uso de los equipos de Dispersión de Luz Dinámica (DLS) y espectrofotómetro de Infrarrojo por Transformada de Fourier con Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR), respectivamente. También queremos agradecer a Joshua Itiel Hernández Arredondo, estudiante de la Licenciatura en

Química por su colaboración en el proceso de síntesis y caracterización de los materiales. Agradecemos a la División de Ciencias Naturales y Exactas de la Universidad de Guanajuato por brindar el acceso a sus instalaciones, equipos y materiales. Sin todos ellos gran parte de este proyecto no hubiera sido posible.

Referencias bibliográficas

Álvarez Guzmán, G., Cervantes Jáuregui, J. A., y Álvarez Gasca, D. E. (2017). Partículas coloidales de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ para la conservación de morteros de cal. *Naturaleza y Tecnología*, 11(1), 16–25. <http://www.naturalezaytecnologia.ugto.mx/index.php/nyt/article/viewFile/270/153>

Baglioni, P., Chelazzi, D., Giorgi, R., & Poggi, G. (2013). Colloid and materials science for the conservation of cultural heritage: Cleaning, consolidation, and deacidification. *Langmuir*, 29(17), 5110–5122. <https://doi.org/10.1021/la3047954>

Díaz-Cortés, A., López-Polín, L., Del Valle Blanco, H., y Cáceres Cuello de Oro, I. (2021). La naturaleza del hueso y su fosilización. La Tafonomía para el estudio del estado de conservación del hueso arqueológico y paleontológico. *Ge-*

conservación, 20(1), 51-63. <https://doi.org/10.37558/gec.v20i1.1001>

Escudé González J. (2016). El uso de nanopartículas de hidróxido de calcio para la consolidación de hueso y hueso fósil. *MOLEQLA*, (23). <http://www.upo.es/MoleQla>

Giorgi, R., Dei, L., Ceccato, M., Schettino, C., y Baglioni, P. (2002). Nanotechnologies for conservation of cultural heritage: Paper and canvas deacidification. *Langmuir*, 18(21), 8198–8203. <https://doi.org/10.1021/la025715j>

Martín Castellano, E.; Pozo Canales, J. (2016). Consolidación de material óseo fósil: estudio de penetración de consolidantes. *PH investigación*, (7), 25-51. <http://www.iaph.es/phinvestigacion/index.php/phinvestigacion/article/view/152>

Martínez Piñeiro, E., Álvarez Guzmán, G., y Cervantes Jáuregui, J. A. (2021). *Conservación de materiales calcáreos arqueológicos*. Universidad de Guanajuato. http://repositorio.ugto.mx/bitstream/20.500.12059/6431/1/4_CONSERVACIÓN%20DE%20MATERIALES%20CALCÁREOS%20ARQUEOLÓGICOS.pdf

Tchakouté, H. K., Tchinda Mabah, D. E., Rüschler, C. H., Kamseu, E., Andreola, F., y Bignozzi, M. C. (2017). Preparation of low-cost nano and microcomposites from chicken eggshell, nano-silica and rice husk ash and

their utilisations as additives for producing geopolymer cements. *Construction and Building Materials*, 157, 601–611. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.09.133>