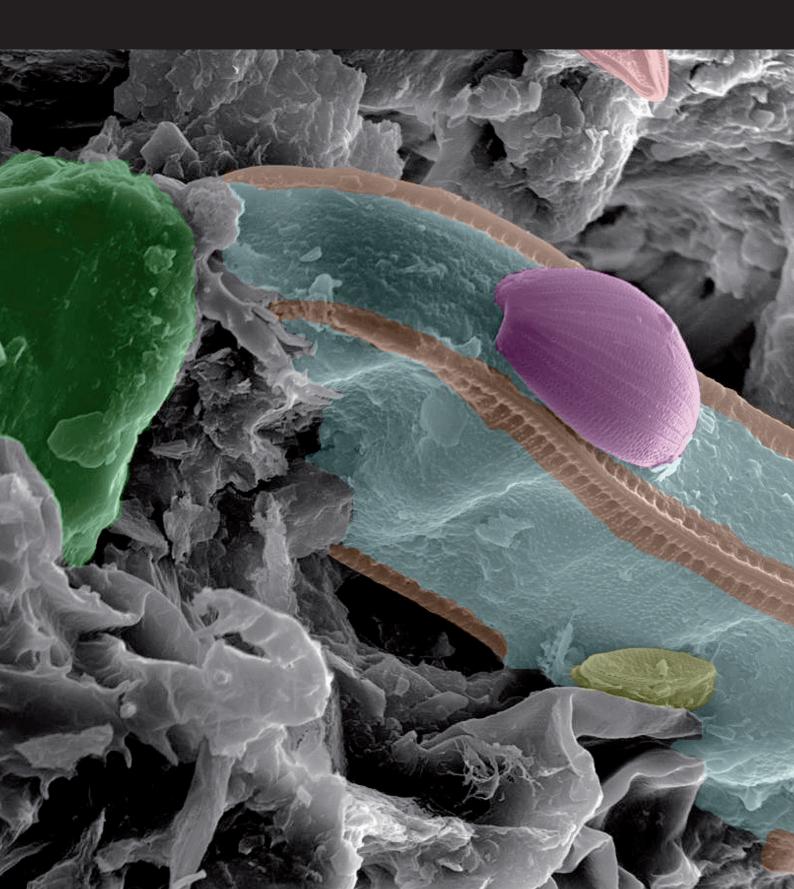
Ministerio de Cultura y Deporte

La Ciencia y el Arte IX

Ciencias y tecnologías aplicadas a la conservación del patrimonio

Science and Art IX

Experimental Sciences and Heritage Conservation



La Ciencia y el Arte IX

Ciencias y tecnologías aplicadas a la conservación del patrimonio

Science and Art IX

Experimental Sciences and Heritage Conservation



Catálogo de publicaciones del Ministerio: www.libreria.culturaydeporte.gob.es Catálogo general de publicaciones oficiales: https://cpage.mpr.gob.es

Edición 2023



MINISTERIO DE CULTURA Y DEPORTE

Edita:

© SECRETARÍA GENERAL TÉCNICA Subdirección General de Atención al Ciudadano, Documentación y Publicaciones.

Fotografía de la portada CIENCIAY ARTE IX

- © Imagen de microscopía electrónica de barrido coloreada correspondiente a una costra biológica, con presencia de diatomeas de los géneros Cymatopleura sp. (azul), Cymbella sp. (rosa) y Diatoma sp. (amarillo), sobre un ortostato granítico. Dolmen de Guadalperal (El Gordo) en el embalse de Valdecañas (Cáceres). Fotografía: Pedro P. Pérez García.
- © Del resto de imágenes: sus autores.
- © De los textos: sus autores.

NIPO (IBD): 822-23-093-0 NIPO (Iínea): 822-23-094-6 DL: M-32129-2023 ISBN: 978-84-8181-847-5

ÍNDICE

	Pág.
Prólogo	9
Miriam Bueso Manzanas, Sonia Frías Fernández, María Martín Gil y M.ª José Suárez Martínez	
BLOQUE 1. PATRIMONIOS INTERCONECTADOS: AMÉRICA Y ESPAÑA	
Del arte de escribir a las ciencias del lenguaje. Las lenguas en la Primera Vuelta	
al Mundo y en el Galeón de Manila Rafael Rodríguez-Ponga Salamanca	12
«Son dichosos en colores». El comercio de materiales pictóricos con América	20
durante la Edad Moderna Rocío Bruquetas Galán	20
Derechos, territorios y transdisciplinariedad en el Centro Nacional de	25
Conservación y Restauración de Chile Roxana Seguel Quintana	35
Proyecto AmerMad: análisis de colorantes de especies tintóreas americanas Susanna Marras y Antonio Álvarez-Ossorio Alvariño	52
Un recorrido por las prácticas del pasado a través de los análisis de residuos orgánicos en cerámicas arqueológicas de Catamarca, Argentina	67
Radiografiar para conocer, conocer para conservar: las colecciones del Museo de América	83
Miriam Bueso Manzanas, Ana Rosa García Pérez, Beatriz Mayans Zamora, Inmaculada Donate Carretero, Andrés Gutiérrez Usillos, Beatriz Robledo Sanz y Mar Sanz García	
Estudio de conjuntos numismáticos mediante espectroscopia de plasma	101
inducido por láser y fluorescencia de rayos X Inmaculada Donate Carretero, Mohamed Oujja Ayoubi, Marina Martínez Weinbaum, Soledad Díaz Martínez, Emma García Alonso, Miriam Bueso Manzanas, Marta Castillejo Striano y María Martín Gil	101

Estudio técnico-comparativo de materiales pictóricos empleados en la escuela	
quiteña y la pintura de corte de los siglos XVII y XVIII	118
Fernando Poyatos Jiménez, Lourdes Cevallos Paredes y Julio Romero Noguera	
Una escultura ligera realizada con caña de maíz y la importancia de los	
estudios científicos	132
Rosa María Román Garrido, Viqui Quiroga Alamá y Fanny Sarrió Martín	
Divisas e insignias en el retrato de Luis de Córdova y Córdova: estudio	
comparativo mediante técnicas de imagen	142
Beatriz Mayans Zamora y Ana Rosa García Pérez	
BLOQUE 2. TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN EN LA CONSERVACIÓN DE LOS BIENES CULTURALES. CASOS DE APLICACIÓN	
Intensive campaign on continuous isotopic sampling for environmental criticality in the Stalactites cave of Altamira karst Marianna Nardino, Alfredo Prada Freixedo, Daniela Famulari, Lorenzo Brilli, Alice Cavaliere, Federico Carotenuto, Camilla Chieco, Beniamino Gioli, Tommaso Giordano, Francesca Martelli, Carolina Vagnoli, Giuliano Camilleri, Lucía María Díaz González, Deborah Ordás Pastrana, Andrea Sanmartín Basallo, Pilar Fatás Monforte, Carmen de las Heras Martín y Alessandro Zaldei	159
Trazabilidad de colecciones dentro de edificios utilizando software libre (sistemas de información geográfica) Daniel Durán Romero	170
Vidrios y VOCs: qué esperar y cómo prevenirlo	182
Teresa Palomar Sanz, Rodrigo Arévalo Domingo, Raquel Cid Herránz y Elena Laso Gallardo	
Revisión de los tratamientos de anoxia en bienes culturales: metodologías no tóxicas para un patrimonio sostenible	193
Héctor Bolívar Sanz y Alexander Gaztañaga Garabieta	
Biodeterioro del patrimonio cultural: causas, amenazas y soluciones basadas en nanopartículas	209
Isabel Franco Castillo y Scott G. Mitchell	
Cambiando el paradigma del biodeterioro. Las microalgas de la Alhambra y el Generalife como oportunidad para la creación de nuevas técnicas artísticas Isabel Calvo Bayo, Lorena Cuberos Cáceres, Belén Ruiz Ruiz, Ana María Yebra Rodríguez, Fernando Bolívar Galiano y Julio Romero-Noguera	229

¡No es lo que parece! Una selección de fenómenos de degradación en pintura	
negra moderna al óleo	247
Anna Vila Espuña, Francesca Caterina Izzo, Miquel Angel Herrero Cortell, Marcello	
Picollo, Elena Davanzo, Ana María García Castillo y Laura Fuster López	
Estudio no invasivo mediante técnicas de imagen multibanda de pigmentos	
laca y colorantes en veladuras históricas	262
Aránzazu Llácer Peiró, Miquel Àngel Herrero Cortell, M. Antonia Zalbidea Muñoz y Laura Fuster López	
Imágenes matriciales de alto rango dinámico para mediciones de reflectancia espectral en obras de arte	278
Ángela Gómez Manzanares, Antonio Álvarez Fernández-Balbuena, Daniel Vázquez	2/0
Moliní, Juan Carlos Martínez Antón, Santiago Mayorga Pinilla, Wendy Davis, Dorukalp Durmus, Laura Micheli, Claudia Mazzuca, Jorge García Gómez Tejedor, Carmen Muro García, Javier Muñoz de Luna y Cristina Cabello Briones	
Estudio de técnicas de policromía empleadas en el conjunto arqueológico de Cerrillo Blanco	287
María Belén Ruiz Ruiz, Isabel Calvo Bayo, Fernando Bolívar Galiano, María Teresa Doménech Carbó y Julio Romero Noguera	
Proyecto de conservación y caracterización de los materiales de la colección	
papirácea Palau Ribes	302
M.ª Cristina Ibáñez Domínguez y M.ª Dolores Díaz De Miranda Macías	
Identificación de materiales en pintura mural arqueológica romana (s.I-II d.C)	
por técnicas analíticas no invasivas	321
Ana Isabel Calero Castillo y Ana M.ª López Montes	
El papel japonés, washi, como material de reparación, refuerzo y	
reconstrucción del patrimonio bibliográfico y documental	333
Cecilia Lamolda García, Juan Carlos Villar Gutiérrez, Nuria Gómez Hernández y Auxiliadora Gómez Morón	
Aproximación a la consolidación de tapices con seda deteriorada mediante	2/0
baños de fibroína y sericina Mª Taraga Avilás Cambranara Varánica Caraía Planca y Salvador D. Aznar Carvantos	348
M.ª Teresa Avilés Cambronero, Verónica García Blanco y Salvador D. Aznar Cervantes	

Aproximación a la consolidación de tapices con seda deteriorada mediante baños de fibroína y sericina

Approach to tapestry consolidation with deteriorated silk using fibroin and sericin baths

M.ª Teresa Avilés Cambronero

Real Fábrica de Tapices, Madrid mariate.aviles@gmail.com

Verónica García Blanco

Real Fábrica de Tapices, Madrid vgarcia@realfabricadetapices.com

Salvador D. Aznar Cervantes

Instituto Murciano de Investigación y Desarrollo Agrario y Medioambiental sdac1@um.es
ORCID ID: https://orcid.org/0000-0001-9809-7215

Resumen: La consolidación de tejidos de seda supone un reto en la restauración de tejidos, y aunque históricamente se han utilizado métodos que lo estabilizan como la costura, la consolidación de la fibra es un campo en el que queda mucho por investigar. Desde el año 2011 se viene experimentando con fibroína y sericina en la consolidación de tejidos de seda envejecidos artificialmente, y esta investigación busca aplicar estos tratamientos sobre tapices que contengan seda deteriorada. Para ello, se ha planteado una metodología experimental sobre fragmentos de tapiz con trama de seda, a los que se les ha aplicado un baño-tratamiento con disoluciones de fibroína y sericina por separado, así como la insolubilización de fibroína con vacío en algunos de los fragmentos tratados.

Posteriormente se ha realizado un análisis de las propiedades mecánicas de los fragmentos consolidados respecto de los fragmentos sin consolidar, además de un examen macroscópico y microscópico utilizando microscopía electrónica de barrido.

Se han obtenido tres resultados principales: el tratamiento con fibroína otorga un buen papel consolidante a las fibras de seda y mejora sus propiedades mecánicas; la fibroína insolubilizada causa grietas y roturas en la cobertura de las fibras; y la sericina, aunque no mejora las propiedades mecánicas, puede aportar una mayor durabilidad a las fibras al tener propiedades antioxidantes.

Palabras clave: Consolidación. Seda. Fibroína. Sericina. Propiedades mecánicas.

Abstract: The consolidation of silk fabrics is a challenge in tissue restoration, and although stabilizing methods such as sewing have been used, fiber consolidation is a field in which much remains to be investigated. Since 2011, experiments have been carried out with fibroin and sericin in the

consolidation of artificially aged silk textiles, and this research pursue to apply these treatments on tapestries that contain deteriorated silk. For this, an experimental methodology has been proposed on fragments of tapestry with a silk weft, to which a bath-treatment with fibroin and sericin solutions have been applied separately, as well as the insolubilization of fibroin with vacuum in some of the treated fragments.

Subsequently, an analysis of the mechanical properties of the consolidated fragments has been carried out with respect to the unconsolidated fragments, in addition to a macroscopic and microscopic examination using scanning electron microscopy.

Three main results have been obtained: treatment with fibroin gives a good consolidating role to silk fibers and improves their mechanical properties; insolubilized fibroin causes cracks and breaks in the fiber sheath; and sericin, although it doesn't improve mechanical properties, can provide greater durability to the fibers by having antioxidant properties.

Keywords: Consolidation. Silk. Sericin. Fibroin. Mechanical properties.

Introducción

El tapiz es un tejido realizado con ligamento tafetán, una de las técnicas más antiguas de tejeduría que se conoce, y hace referencia a las colgaduras de gran tamaño que se encuentran en las paredes de grandes edificios, cuyo auge se dio en Europa entre la mitad del siglo XIV y el siglo XVIII (Victoria & Albert Museum, s.f.). Su estructura está formada por urdimbre y trama. La urdimbre es la base del tapiz formada por hilos paralelos que da el alto y ancho al tapiz y, sobre ella, se va entretejiendo la trama utilizando distintos colores para formar el dibujo que deja cubierta la urdimbre.

El material más utilizado era la lana, si bien es cierto que la trama suele contener hilos de seda para aportar luz al dibujo, e incluso hilos de oro y plata en aquellos tapices más ricos.

El uso que se le ha dado a los tapices (aislantes térmicos, elementos decorativos...) supone una exposición a los factores medioambientales que provoca la aceleración de los procesos de degradación por oxidación e hidrólisis de la seda principalmente, pues es una fibra muy sensible a la luz y la humedad. Esto da lugar a su debilitamiento, volviéndola quebradiza e incluso pulverulenta, lo cual lleva en ocasiones a pérdidas de trama parciales que dejan la urdimbre expuesta.

Ante este estado de deterioro de las fibras, a lo largo de la historia de la restauración de los tapices se han buscado tratamientos consolidantes que les devuelvan la unidad estructural, como el uso de adhesivos o resinas sintéticas. Ninguno de ellos ha logrado una consolidación de la fibra, bien por ser incompatibles y presentar mal envejecimiento (Montesinos et al., 2008: 143-146; Timar-Balazsy y Eastop, 1998: 304-321; Masschelein y Bergiers, 1984: 70-73) bien, como es el caso de la costura, por estabilizar las áreas debilitadas sin consolidar las fibras (Lennard, 2006: 43-53; Lennard y Hayward, 2006: 90-128; Schön, 2017: 5-7).

Con esta investigación se pretende realizar la búsqueda de un tratamiento que dé solución al problema planteado, que sea capaz de consolidar las fibras de seda sin resultar dañino para ellas.

A partir de esta problemática se realizó una búsqueda del alcance en la investigación sobre el tema y una revisión bibliográfica en la que se encontraron artículos que utilizan fibroína y sericina como refuerzo de tejidos de seda envejecidos artificialmente.

La fibroína (en porcentajes de 72-81 %) y la sericina (en porcentajes de 19-28 %) son las dos proteínas principales que constituyen las fibras de seda (Murugesh, 2020: 385-416). La fibroína se compone de dos filamentos, y en ella se hallan regiones amorfas y cristalinas. En la región cristalina se encuentran estructuras de láminas-β cuya formación de enlaces secundarios entre cadenas dan lugar a la formación de la estructuras en forma de «hoja plegada» (Timar-Balazsy y Eastop, 1998: 3-66), que le otorga una gran resistencia a la tracción (Vitz et al., 2021).

La sericina es una proteína amorfa con estructura globular que permite la adhesión de los filamentos de fibroína (Timar-Balazsy y Eastop, 1998: 3-66; Barajas-Gamboa, Serpa-Guerra y Álvarez-López, 2016: 193-206) y actúa como protector natural contra la oxidación (Yatagai et al., 2000: 86-97).

Son varias las investigaciones en las que se basa la experimentación que se lleva a cabo en este trabajo. Feng et al. (2011: 428-473) y Wu et al. (2014: 1146-1152), en años distintos, utilizaron la fibroína junto con Etilenglicol diglicidil éter (EGDE) para mejorar las propiedades físicas, la absorción de humedad y la resistencia química de tejidos de seda envejecidos artificialmente. En el caso de solo utilizar fibroína, se producía una leve mejora en las propiedades mecánicas, mientras que la combinación de ambos productos hizo que mejoraran notoriamente.

También se estudió la aplicación de fibroína con la enzima transgluminasa (T-Gase) y caseinato de sodio (CS) para reforzar sus propiedades mecánicas, demostrando que la adición de fibroína mejora la resistencia de la seda a largo plazo respecto a la tratada con T-Gase y CS (Zhao et al., 2019: 4581-4594); otro estudio utilizó fibroína junto con carboximetil-quitosano (CMC) para incrementar las propiedades mecánicas del tejido al que se aplica y darle propiedades antibacterianas, resultando en una mejora notable de estas propiedades (Hao et al., 2019: 71-79).

Chelazzi et al. (2020: 230-240) utilizaron fibroína, y solo aumentó el porcentaje de elongación de las fibras; al final se planteó el uso de sericina como agente consolidante por sus propiedades adhesivas, fotoprotectoras y antimicrobianas. Sin embargo, casi no se aprecia mejoría en las propiedades mecánicas respecto a las iniciales (Iraysse et al., 2014).

Esta investigación, por tanto, tiene como objetivo elaborar una metodología en el tratamiento de consolidación de fibras de seda que sea aplicable a tapices de gran formato, además de comprobar la eficacia del tratamiento de fibroína como consolidante, evaluar el uso de sericina como consolidante de las fibras de seda y comprobar el efecto de ambos tratamientos en las propiedades mecánicas de estas fibras.

Materiales

Para la realización del experimento se utilizaron fragmentos de tapices antiguos de la Real Fábrica de Tapices, los cuales se componen de lana y seda deteriorada, para que la experimentación fuera lo más parecida posible a un caso de aplicación real. Además se utilizaron fibroína y sericina aportadas por el IMIDA (Instituto Murciano de Investigación y Desarrollo Agrario y Medioambiental).

Obtención de fibroína

Para la obtención de fibroína líquida se siguió el siguiente proceso: los capullos de Bombyx Mori se trocearon y se hirvieron en una disolución acuosa de carbonato de sodio (Na2CO3) 0,02 M durante 30 minutos para eliminar la sericina. Después, la fibroína extraída se lavó con agua destilada y se dejó secar a temperatura ambiente durante 3 días.

Esta fibroína se disolvió en una disolución acuosa de bromuro de litio (LiBr) 9,3 M durante 3 h a 60 °C para generar una disolución al 20 % p/v que se dializó en agua destilada durante 3 días (Snakeskin Dialysis Tubing 3.5 kDa MWCO, Thermo Scientific) en los que se cambió el agua un total de 8 veces, dando como resultado una solución de fibroína al 7-8 % p/v que se guardó a 4 °C hasta su uso. La disolución resultante se filtró a través de papel Miracloth y posteriormente (antes de su utilización) se centrifugó para eliminar posibles restos en suspensión (a 2500 rpm durante 15 min).

Obtención de sericina

Para obtener la sericina, se sumergieron 25 gramos de capullos de Bombyx mori en un recipiente con 1 litro de agua. Este se introdujo en autoclave 1 hora a 120 °C, y, una vez transcurrido este tiempo, se extrajo la malla de fibroína de los capullos, quedando la sericina que contienen estos disuelta al 0,62 % p/v.

Experimentación

La experimentación de la aplicación de los tratamientos se realizó en dos fases. En primer lugar se realizó una prueba piloto, para determinar la concentración de fibroína y sericina más idóneas para el tapiz y realizar con ellas la aplicación de los tratamientos en la experimentación final.

Prueba piloto

Para esta prueba se escogieron dos pequeños fragmentos de tapiz de lana y seda (11 x 6 cm) que se cortaron en siete más pequeños (3 x 1 cm).

Para realizar el tratamiento con fibroína se prepararon cinco disoluciones al 0,25 % p/v; 0.5 % p/v; 0.75 % p/v; 1 % p/v; 2 % p/v en agua destilada, generadas a partir de la fibroína al 8 % p/vobtenida anteriormente (Tabla 1).

En el caso de la sericina se dejó la disolución a 0,62 % p/v, y además se dejó un testigo como control negativo.

Para llevar a cabo el tratamiento siguiendo los procedimientos de las investigaciones anteriores se prepararon diferentes tubos de ensayo con 10 ml de las disoluciones, y se procedió a sumergir los fragmentos de tapiz. Se eligió este método para asegurar que todas las fibras se impregnaran bien de la solución debido al grosor del tapiz.

El baño se prolongó durante una hora, tras la cual fueron extraídos y se dejaron secar sobre papel de filtro durante 48 h a una temperatura de 22 °C y 40 % HR.

Tabla 1. Relación de tratamientos de la prueba piloto con sus abreviaturas			
Tratamiento	N.º muestras	Abreviatura	
Control Negativo	1	CNp	
Fibroína 0,25 % p/v	1	SFp-0,25	
Fibroína 0,50 % p/v	1	SFp-0,50	
Fibroína 0,75 % p/v	1	SFp-0,75	
Fibroína 1 % p/v	1	SFp-1	
Fibroína 2 % p/v	1	SFp-2	
Sericina 0,62 % p/v	1	S-0,62	

Fuente: autores.

El ensayo piloto permitió acotar las condiciones del estudio final, con réplicas y tratamientos estadísticos que se expondrán en el apartado de resultados.

Experimentación final

Para la experimentación se utilizó un fragmento de tapiz de 28 x 26,5 cm fabricado de lana y seda. En este caso se cortaron un total de 20 fragmentos que contenían principalmente seda en la trama de 3 x 0,5 cm. Esto supone un total de cuatro réplicas para un total de cinco tratamientos (Tabla 2).

Para la experimentación con fibroína se decidió utilizar la solución al 0,25 % p/v. Y además se realizó una muestra en la que se insolubilizó la fibroína sometiéndola a vacío en condiciones de alta humedad relativa, para evaluar si mejoran las propiedades mecánicas del tapiz respecto al fragmento tratado con fibroína sin insolubilizar, y valorar si puede garantizar una mayor estabilidad frente a la humedad ambiental.

En el caso de la sericina, además de realizar la prueba con sericina a 0,62 % p/v inicial, se hizo otra a 0,25 % p/v, para ver si se producía algún cambio.

Tabla 2. Relación de tratamientos, abreviaturas y número de réplicas de la experimentación final			
Tratamiento	N.º réplicas	Abreviatura	
Control Negativo	4	CN	
Sericina 0,25% p/v	4	S-0,25	
Sericina 0,62 % p/v	4	S-0,62	
Fibroína 0,25% p/v	4	SF-0,25	
Fibroína insolubilizada 0,25% p/v	4	SFI-0,25	

Fuente: autores.

Dado que las muestras anteriores se iban a destruir en los ensayos mecánicos, se cortaron también fragmentos de 0,5 x 0,5 cm (tres réplicas por tratamiento), para enviarlas a su observación al microscopio electrónico de barrido (MEB).

En primer lugar, se sumergieron 4 de los 20 fragmentos en cada tubo de ensayo conteniendo 45 ml de las correspondientes disoluciones durante 2 horas, y se dejaron secar una vez extraídos a 22 °C y 40 % HR durante 2 días.

Para insolubilizar las muestras de fibroína (SFI-0,25) estas fueron sometidas a vacío con atmósfera saturada de vapor de agua durante 24 h, empleando un desecador con válvula de vacío y un depósito con agua destilada en el fondo. Este procedimiento promueve un incremento en el nivel de cristalinidad de la fibroína, aumentando su contenido en láminas-β (parte cristalina de la seda) y haciéndola insoluble en entornos acuosos (Rockwood, et al., 2011: 1612-1631). De esta manera la cobertura sería más estable y podría lavarse el tapiz en un futuro sin que las fibras de seda perdieran su protección en caso de que fuese adecuado el tratamiento y no afectase a las propiedades mecánicas de las fibras.

Caracterización de materiales

a) Análisis visual y textural

Una vez las muestras estuvieron secas, se comprobaron las diferencias que se apreciaban al tacto o visualmente como variaciones de color, la rigidez y la textura del material, tomando como referencia el control negativo (CN) respecto de las muestras tratadas.

También se observó el residuo de fibras que dejaron sobre una superficie, y su variación según el tratamiento aplicado en las muestras de 0,5 x 0,5 cm.

b) Espectroscopía de infrarrojos con transformada de Fourier (FTIR)

Esta prueba se realizó con la intención de evaluar si la cristalinidad de las soluciones de fibroína y sericina había sufrido algún cambio. En la sericina al variar la concentración, y en el caso de la fibroína, comparando la soluble con la insolubilizada con vacío.

Para llevarla a cabo se evaporaron las diluciones utilizadas en SF-0,25; SFI-0,25; S-0,62 sobre un portaobjetos para analizar el espectro infrarrojo y el índice de cristalinidad de los picos amida I y II. La lectura se realizó en modo absorbancia a 64 escaneos y una resolución de 4cm-1 utilizando el espectroscopio Thermo Scientific Nicolet iS5 con accesorio ATR iD5. Se estudiaron longitudes de onda comprendidas entre 1760-940 cm en el caso de la sericina y 1710-1440 cm en la fibroína.

c) Test de resistencia a la tracción

Uno de los objetivos del estudio es evaluar la potencial mejora de las propiedades mecánicas de los tapices, y una forma de comprobarlo es sometiendo los fragmentos de tapiz tratados a una fuerza externa, haciendo un test de resistencia a la tracción. Para ello se utilizó el aparato Shimadzu EZ-SX. 200N ubicado en el laboratorio del IMIDA.

En este ensayo se estudia el comportamiento del material sometido a un esfuerzo de tracción, hasta conseguir su ruptura. En primer lugar, se tomaron las medidas de longitud, grosor y anchura de cada muestra a evaluar, ya que la distancia entre los fórceps y el área de la sección del material son datos que se tienen en cuenta para el cálculo de los parámetros de interés obtenidos a partir de las gráficas resultantes de tensión-deformación, siendo estos los siguientes: tensión máxima (MPa), máxima deformación (%) y módulo elástico (MPa).

Se sometieron a este test las 4 réplicas de las muestras CN: SF-0,25; SFI-0,25; S-0,25; y S-0,62, empleando una célula de carga de 200 N a una velocidad de desplazamiento de los fórceps de 0.1 mm/s.

Con los resultados obtenidos de este test se realizó su análisis estadístico utilizando el software SPSS-25, y, al cumplir los requisitos de normalidad y homogeneidad de varianzas, se compararon entre sí utilizando los test paramétricos ANOVA y BONFERRONI, para la comparación global del tratamiento y dos a dos, respectivamente.

d) Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Se realizó un análisis de las coberturas protectoras que se crearon a partir de la aplicación de los tratamientos de fibroína y sericina sobre las fibras, por lo que se utilizó el MEB para visualizar el estado de deterioro de las fibras CN (sin tratar) y los cambios producidos en ellas tras los tratamientos.

Se utilizó para ello una de las réplicas de 0,5 x 0,5 cm de cada tratamiento, las cuales fueron cubiertas con oro para poder visualizarlas.

Este microscopio utiliza un haz de electrones para formar la imagen. Aporta una gran profundidad de campo, lo que permite trabajar a resoluciones muy altas y visualizar estructuras nanométricas. Se tomaron fotografías a distintos aumentos: 100x, 1000x, 3000x y 5000x, utilizando el microscopio Jeol T-6100 a 20Kw ubicado en el Servicio de Microscopía del edificio SACE perteneciente a la Universidad de Murcia.

Resultados y discusión

Prueba piloto

Después de realizar los baños en las muestras de la prueba piloto, según se describe en el apartado de material y métodos, los fragmentos se sometieron a un análisis visual y textural, y a un test de resistencia a la tracción obteniendo los siguientes resultados:

a) Análisis visual y textural

Al analizar de forma visual y al tacto las muestras, se observó un aumento de la rigidez en los fragmentos tratados con fibroína, siendo SFp-0,25 la muestra más parecida al control negativo, ya que tenía cierta flexibilidad. Sin embargo, a partir de SFp-0,5 esta flexibilidad va desapareciendo y en SFp-1 y SFp-2 es prácticamente inexistente.

Debido a estos aumentos en la rigidez no deseados, las concentraciones de fibroína superiores al 0,25 % p/v se descartaron para el tratamiento experimental definitivo, así como por pérdida de matices visuales, como el brillo característico del tapiz.

En el caso de la sericina, se aprecia una ligera pérdida de flexibilidad, probablemente debido a una cobertura excesiva por parte de esta proteína. Por ello se decidió incluir un tratamiento a menor concentración en la experimentación final.

b) Test de resistencia a la tracción

Esta prueba se realizó sin réplicas de los fragmentos, y solo con el fin de poner a punto la técnica, por ello no se muestran los resultados. Además, en la trama de estas muestras se mezclaban lana y seda de forma muy heterogénea, por lo que al aplicar la tracción el fragmento se rompía en las zonas de unión de materiales, lo que ocasionó que las gráficas dieran resultados irregulares y por lo tanto inservibles a la hora de evaluar las propiedades mecánicas de la seda.

Finalmente, y teniendo en cuenta los resultados obtenidos a través del tacto percibido (menos rigidez), se decidió utilizar la solución de fibroína a 0,25 % p/v, y sericina a 0,62 % p/v y 0,25 % p/v en la experimentación final.

Experimentación final

Tras concretar las soluciones a utilizar y realizar los baños, las muestras, según se describe en el apartado de experimentación, se sometieron a un análisis visual y textural, un test de resistencia a la tracción y su visualización en microscopio electrónico de barrido, con los que se obtuvieron los siguientes resultados:

a) Análisis visual y textural

Evaluando al tacto las muestras de 3 x 0,5 cm tratadas, según se describe en la metodología de ensayo, se pudo comprobar que, al tacto, casi todas las muestras eran similares a CN, excepto S-0,62 que eran un poco más ásperas.

La flexibilidad en S-0,25 resultó ser similar al CN, mientras que las muestras tratadas con la solución al 0,62 % p/v resultaron menos flexibles. Se comenzó a evidenciar así que la cobertura con sericina al 0,62 % p/v era excesiva, dato que se confirmó más adelante mediante observación al microscopio electrónico de barrido.

Las muestras tratadas con fibroína también resultaron ser ligeramente menos flexibles que el CN, aunque en este caso el parecido era mayor entre SFI-0,25 y CN. El brillo de la seda, en esta ocasión, al utilizar porcentajes de solución tan bajos, no se vio afectado por la capa de tratamiento.

De este análisis preliminar se pudo concluir que los tratamientos más interesantes a priori eran los concernientes al uso de baños de fibroína o sericina acuosas al 0,25 % p/v.

Dentro del análisis visual llevado a cabo en la experimentación final se utilizaron las muestras de 0,5 x 0,5 cm que no se llevaron al MEB, para observar el residuo de fibras que dejaban estas al depositarse sobre una superficie. Tras su observación se determinó que las muestras CN son las que mayor residuo han dejado, el residuo dejado por las demás es mucho menor a las anteriores. Las muestras que menor residuo han dejado con diferencia han sido SF-0,25, seguidas de SFI-0,25 y S-0,62 (entre las cuales hay poca diferencia) y, finalmente, S-0,25.

Ante esta disminución de la cantidad de fibras que se desprenden, se puede presuponer que el tratamiento ha tenido un efecto consolidante en las fibras de la trama al evitar que se desprendan y se produzcan roturas.

b) Espectroscopía de infrarrojos (FTIR-ATR)

El FTIR se utilizó para examinar y caracterizar la conformación química de las películas obtenidas tras la evaporación de las disoluciones de tratamiento. Se analizaron los cambios y diferencias en la conformación estructural de las proteínas por medio de la visualización de variaciones en los picos de absorción de los grupos amidas, obtenidos de los espectros de infrarrojos, tanto de sericina como de fibroína.

- Espectroscopía de sericina

En las películas de sericina se puede ver que los picos son los mismos y la intensidad es bastante similar, siendo en S-0,62 un poquito más intensos, dada la mayor concentración de esta proteína en la disolución de partida (esta diferencia de intensidad no se observa en la gráfica, pues para la representación se ha empleado una escala común) (Figura 1).

Como referencia para saber a qué grupos amida y estructuras de random coil (estructuras al azar) y láminas-β correspondían, se emplearon los artículos de Álvarez et al. (2013) y Castrillón et al. (2017).

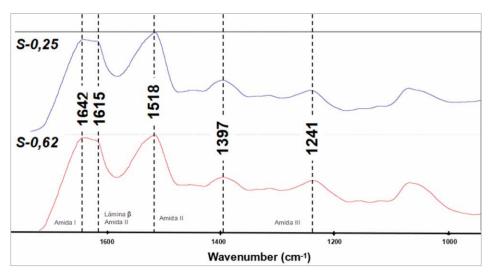


Figura 1. Espectro de las películas de sericina. Fuente: María Teresa Avilés Cambronero y Salvador Aznar Cervantes.

En estos, sitúan el pico amida I a 1600-1700 cm⁻¹, amida II a 1504-1582 cm⁻¹ y amida III a 1200-1300 cm⁻¹. En este caso (Figura 1) encontramos un fuerte pico en conformación random coil de amida I en 1642 cm⁻¹ y otro en 1615 cm⁻¹ correspondiente a lámina-β, lo que puede sugerir una coexistencia entre estructuras cristalinas y amorfas en la cobertura con sericina. Además, también hay un pico menos intenso en 1241 cm⁻¹ característico de la amida III.

Espectroscopía de fibroína

En los espectros obtenidos de las películas de fibroína se tomaron como referencia los parámetros aportados por Kamalha et al. (2013: 211-215) entre otros muchos autores, que sitúan los picos amida I y II de fibroína a 1625-1660 cm⁻¹ y 1520-1545 cm⁻¹ respectivamente, siendo muy descriptivos a la hora de evaluar el contenido en láminas-β de esta proteína y por tanto su grado de cristalinidad e insolubilización frente a entornos acuosos. Existen más grupos amida característicos, pero se seleccionaron los picos amida I y II como los más representativos para confirmar cambios conformacionales debidos a la insolubilización frente a vapor de agua y vacío de la fibroína de seda.

En los espectros generados a partir de las películas de SFI-0,25 y SF-0,25 (Figura 2) se puede apreciar a simple vista que hay diferencias.

En SFI-0,25, las regiones amida I y II muestran picos característicos de random coil a 1652 cm⁻¹ y 1540 cm⁻¹ respectivamente, sin embargo, en la amida I aparece además otro fuerte pico a 1625 cm⁻¹ (amida I) típico de estructuras de lámina-β (dotando a este material de mayor cristalinidad y haciéndolo insoluble). El otro pico correspondiente a láminas-β de la amida II, a 1515 cm⁻¹, no se hizo tan patente. También se observó un pico en 1698 cm⁻¹ de la región amida I, correspondiente a estructuras en lámina-β intermolecular, más débiles que las anteriores (Kamalha et al., 2013).

c) Test de resistencia a la tracción

Se analizaron las propiedades mecánicas (Figura 3) obtenidas tras llevar a cabo los ensayos de resistencia a la tracción de las cuatro réplicas de cada tratamiento (tres tras eliminar datos aberrantes), con el fin de garantizar una representatividad estadísticamente adecuada.

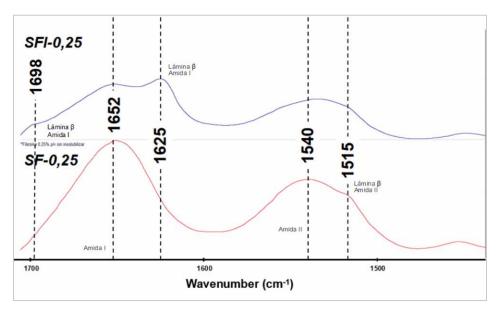


Figura 2. Espectro de las películas de fibroína. Fuente: María Teresa Avilés Cambronero y Salvador Aznar Cervantes.

Tabla 3. Valores medios de propiedades mecánicas de estudio ± desviación estándar				
	Tensión máxima (MPa)	Máxima Deformación (%)	Módulo Elástico (MPa)	
CN	1 ± 0,7	27,6 ± 9,1	8 ± 4,5	
S-0,25	1,5 ± 0,7	31,6 ± 3,8	10,1 ± 2,7	
S-0,62	1,6 ± 0,3	36,4 ± 3,8	8,2 ± 2,5	
SF-0,25	3,2 ± 0,8	38 ± 10,7	16,9 ± 5,2	
SFI-0,25	1,7 ± 0,4	26,2 ± 2,7	10,9 ± 3,2	

Fuente: autores.

Respecto a los resultados de **tensión máxima** (Tabla 3 y Figura 3), el dato más relevante fue la detección de cambios estadísticamente significativos en el tratamiento SF-0,25 (Bonferroni p<0,05), respecto a los tapices no tratados. Además, todos los tratamientos experimentaron un incremento en los valores medios de tensión máxima si se comparan con CN, a pesar de que el más acentuado (y por ello estadísticamente significativo) fue el del tratamiento con fibroína al 0,25 % p/v sin insolubilizar.

Si se compara este resultado respecto a los descritos por otros autores la tensión máxima en SF-0,25 experimenta una mejora muy notable, pues aumenta en un 220 % el valor inicial. No ocurre lo mismo en los demás estudios, ya que Hao *et al.* (2019), utilizando la misma disolución a 0,25 % p/v, solo aumenta un 47 %; Wu *et al.* (2014) consiguen un aumento del 156 % con la disolución de fibroína a 1,5 % p/v y Chelazz *et al.* (2020) no consiguen aumentar la tensión máxima con ninguna de las tres disoluciones que utiliza. La disparidad en los resultados podría vincularse a la metodología de aplicación de la fibroína (goteo, spray, baño...) o a distintos procesos de degradación ocurridos durante la disolución de la fibroína de seda, ya que el peso molecular de la misma compromete notablemente las propiedades mecánicas de los materiales que se generan con ella (en este caso, coberturas tipo película).

En el caso de la sericina, este resultado estaría en concordancia con el trabajo de Iraysse *et al.* de 2014, que también describió, utilizando baños con sericina (12 g/l), una ligera mejora en las propiedades mecánicas de la seda.

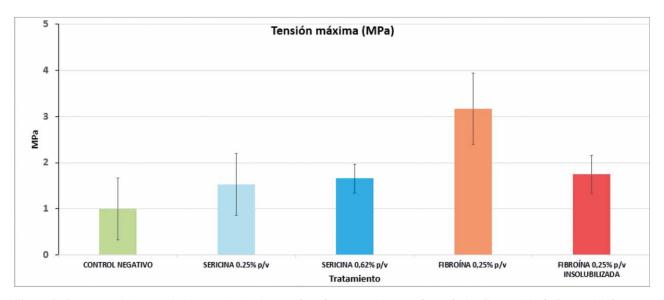


Figura 3. Diagrama de barras de los resultados de tensión máxima y su desviación estándar. Fuente: María Teresa Avilés Cambronero y Salvador Aznar Cervantes.

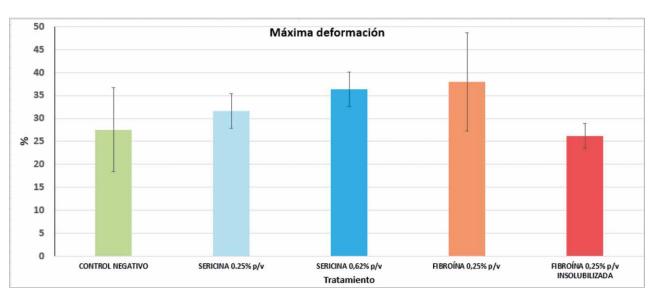


Figura 4. Diagrama de barras de los resultados de máxima deformación y su desviación estándar. Fuente: María Teresa Avilés Cambronero y Salvador Aznar Cervantes.

En lo relativo a los valores de máxima deformación (Tabla 3 y Figura 4), también se observó un ligero incremento de los valores en todos los tratamientos, salvo en el caso de la fibroína insolubilizada, cuyo valor medio de máxima deformación fue ligeramente menor, aunque estadísticamente equivalente, al igual que en el resto de procedimientos (ANOVA, p>0,05).

Este aumento del 37 % en la elongación del tratamiento de fibroína al 0,25 % p/v es comparable al de los estudios de Hao et al. (2019), que al mismo porcentaje de disolución aumenta un 53 % la elongación, y Chelazzi et al. (2020), que lo hace un 25 % a una disolución de 0,15 % p/v. Por lo tanto, se puede apreciar un aumento en la elongación de las fibras, aunque no sea muy significativo respecto del valor inicial.

En el **módulo elástico** (Tabla 3 y Figura 5) se puede apreciar una diferencia considerable entre CN y SF-0,25, alcanzando un valor medio mayor en el caso de la cobertura con fibroína, que no llega a ser significativa a nivel estadístico, probablemente debido a los altos valores de desviación

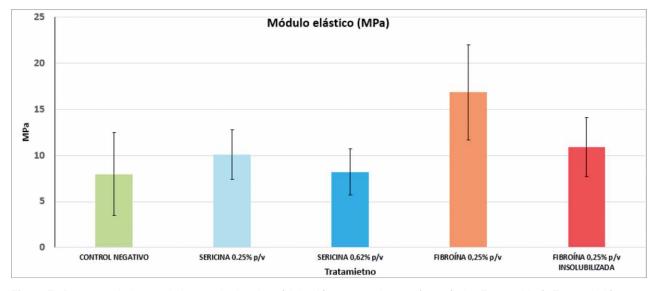


Figura 5. Diagrama de barras de los resultados de módulo elástico y su desviación estándar. Fuente: María Teresa Avilés Cambronero y Salvador Aznar Cervantes.

estándar que se obtuvieron para este parámetro. También se aprecia un leve incremento en S-0,25 y SFI-0,25, mientras que S-0,62 se mantiene a un nivel similar a CN. Todos presentaron por tanto un módulo elástico estadísticamente igual (ANOVA, p>0,05), lo cual indica que la rigidez de los tejidos no se vio alterada de una forma muy acentuada.

d) Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Viendo las imágenes obtenidas con el MEB en los distintos aumentos (Figura 6), se puede observar que en CN las fibras están muy deterioradas, pudiendo apreciarse roturas longitudinales y descamaciones.

En las muestras tratadas con sericina S-0,25 se observa cierto recubrimiento por parte de la sericina a las fibras ya que tienen un aspecto más liso que CN y que se aprecia a 5000x como una superficie granulada y uniforme; al contrario que S-0,62, que muestra una superficie granulada e irregular (5000x), y que además ha unido unas fibras con otras, como se puede apreciar en 1000x. Como se ha visto anteriormente, no aporta ninguna mejora significativa a las propiedades mecánicas de las muestras tratadas con las disoluciones descritas. Este hecho no implica necesariamente que deje de ser potencialmente útil de cara a proteger ante fenómenos de fotooxidación y microbianos, ya que al 0,25 % p/v demostró crear una película protectora en las fibras bastante homogénea.

En el tratamiento con fibroína se observa en SF-0,25 que las fibras se cubren de forma uniforme rellenando las grietas e imperfecciones que puedan tener las fibras deterioradas, otorgándole un aspecto liso y homogéneo, lo que contribuye a la mejora de la resistencia a la tracción del tapiz. Por el contrario, se puede asociar el ligero empeoramiento de las propiedades mecánicas de las muestras de SFI-0,25 respecto de las muestras sin insolubilizar (SF-0,25) a la aparición en la superficie de fibroína de rugosidad longitudinal y transversal a la dirección de la fibra. Esta serie de fenómenos de aparición de arrugas y fracturas en la cubierta de fibroína es consecuencia del incremento en la cristalinidad tras aplicar el vacío en condiciones de alta HR, dado que al aumentar el contenido en láminas beta, la cubierta de fibroína se retrae y quiebra fácilmente.

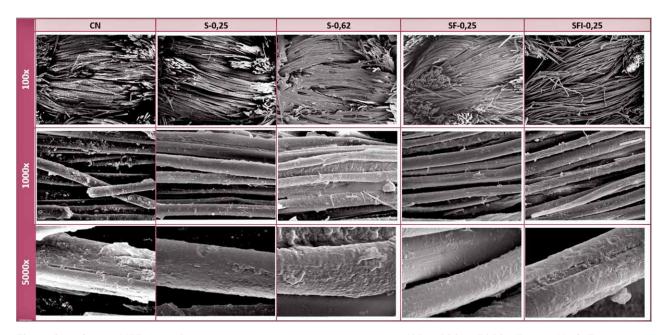


Figura 6. Imágenes MEB de las fibras de seda en los distintos tratamientos a 100x, 1000x y 5000x. Fuente: María Teresa Avilés Cambronero y Salvador Aznar Cervantes.

Conclusiones

En relación a los objetivos propuestos al inicio de la investigación, y en base a los resultados obtenidos, se ha llegado a las siguientes conclusiones:

- Se ha comprobado la eficacia del tratamiento con fibroína al 0,25 % p/v como consolidante de seda deteriorada, ya que recubre las fibras deterioradas rellenando las grietas e imperfecciones, además de crear hilos a modo de anastomosis interfibrilares, que contribuyen a mejorar las propiedades mecánicas de las muestras tratadas con esta solución y aumentan la tensión máxima de manera significativa a nivel estadístico, y también, aunque en menor medida, la deformación máxima y el módulo elástico de las muestras.
- Se ha evaluado el efecto de la insolubilización en la cobertura de fibroína y se ha concluido que no aporta buenos resultados a nivel mecánico, ya que la aplicación de vacío en condiciones de alta humedad relativa provoca fracturas en la cubierta de las fibras y arrugas que hacen que las propiedades mecánicas no mejoren.
- De la evaluación del uso de la sericina se puede concluir que esta no podría utilizarse para restaurar las propiedades mecánicas de las fibras de tapices antiguos, pues la mejora es muy escasa. Sin embargo, sí podría utilizarse como cobertura protectora contra fenómenos de fotooxidación y contaminación microbiana, ya que, como se ha visto en las imágenes del MEB, las muestras de sericina a 0,25 % p/v presentan un recubrimiento de las fibras regular, y podría aprovecharse para su uso en combinación con fibroína en futuros experimentos.

Hay que tener en cuenta que este estudio es una primera aproximación en la consolidación de tapices, por lo que el tratamiento tal cual se describe no se podría aplicar todavía sobre una obra real, pues quedan muchas cuestiones por resolver que van a permitir seguir avanzando en la investigación sobre el uso de las proteínas de la seda como principios activos para la restauración de tejidos deteriorados.

Agradecimientos

El Dr. Salvador Aznar agradece la financiación parcial (60%) del Programa Operativo FEDER/FEDER de Murcia (2021-2027) de la Comisión Europea, Proyecto nº 50463 «Desarrollo de modelos sostenibles de producción agrícola, ganadera y acuícola» (Subproyecto: Innovación en el ámbito de la sericultura: Nuevos materiales, biomateriales y extractos de interés biomédico).

Bibliografía

- ÁLVAREZ, C., ARREDONDO, C., CASAS, A. et al. (2013): «Caracterización de sericina obtenida a partir de agua de desgomado de seda natural». Prospect, 11 (2), pp. 7-12.
- BARAJAS-GAMBOA, J., SERPA-GUERRA, A. y ÁLVAREZ-LÓPEZ, C. (2016): «Aplicaciones de la sericina: una proteína globular proveniente de la seda». Ingeniería y Competitividad, 18 (2), pp. 193-206.
- BOERSMA, F., BROKERHOF, A., BERG, S. et al. (2007): Unraveling textiles. A handbook for the preservation of textiles collections. Londres: Archetype publications.
- CASTRILLÓN, C., LONDOÑO, C., RESTREPO-OSORIO, A. et al. (2017): «Characterization of sericin obtained from cocoons and silk yarns». En: 3erd International Conference on Natural Fibers: Advanced Materials for a Greener World. Braga, 21-23 June. Procedia Engineering, 200, pp. 377-383.
- CHELAZZI, D., BADILLO-SÁNCHEZ, D., GIORGI, R. et al. (2020): «Self-regenerated silk fibroin with controlled crystallinity for the reinforcement of silk». Journal of Colloid and Interface Science, 576, pp. 230-240.

- FENG, Z., ZHIWEN, H., YANG, Z. et al. (2011): «Fibroine-EDGE Consolidation: A new method for conservating fragile silk textiles». En: Adhesives and Consolidants for Conservation: Research and applications. Ottawa: Canadian Conservation Institute, pp. 428-473.
- HAO, Z., WANG, X., YANG, W. et al. (2019): «Comparisons of the restoring and reinforcement effects of carboxymethyl chitosansilk fibroin (Bombiyx Mori/Antherea Yamamai/ Tussah) on aged historic silk». International Journal of Biological Macromolecules, 124, pp. 71-79.
- IRAYSSE, A., WOJVIESZAK, M., PERCOT, A. et al. (2014): «Consolidation of textile silk by spraying liquid silk proteins». Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/320298849 Consolidation of_textile_silk_by_spraying_liquid_silk_proteins. [Consulta: 22 de febrero de 2021].
- KAMALHA, E., ZHENG, Y., FREDERICH, M. et al. (2013): «FTIR and WAXD study of regenerated silk fibroin». Advanced Materials Research, 677, pp. 211-215.
- LENNARD, F. (2006): "Preserving image and structure: tapestry conservation in Europe and the United States». Studies in conservation, 51 (1), pp. 43-53.
- LENNARD, F. y HAYWARD, M. (2006): Tapestry conservation. Principles and Practice. Oxford: Butterworth-Heinemann.
- MASSCHELEIN, J. y BERGIERS, E. (1984): «Influence of adhesives on the conservation of textiles». Studies in conservation, 29 (1), pp. 70-73.
- MONTESINOS, E., VICENTE, S., FUSTER, L. et al. (2008): «Aproximación al estudio de adhesivos para la consolidación y refuerzo de tejidos históricos: materiales y métodos». Arché, 3, pp. 143-146.
- MURUGESH, K. (2020): «Silk fibers. Structure, properties and applications». En: Kozlowski, R. y Mackiewicz-Talarczyk, M. (eds.) Manual of Natural Fibres, 1. Cambridge: Woodhead Publishing, pp. 385-416.
- ROCKWOOD, D., PREDA, R., YÜCEL, T. et al. (2011): «Materials fabrication from Bombyx Mori silk fibroin. Nature Protocols, 6 (10), pp. 1612-1631.
- Schön, M. (2017): The mechanical and supporting effects of stitches in textile conservation. Trabajo de Fin de Grado. Universidad de Gotemburgo, Suiza.
- TIMAR-BALAZSY, A. y EASTOP, D. (1998): Chemical principles of textile conservation. Londres: Routledge.
- VICTORIA & ALBERT MUSEUM (n.d.): What is tapestry? Disponible en: https://www.vam.ac.uk/articles/ what-is-tapestry [Consulta: 3 de marzo de 2021].
- VITZ, E., MOORE, J., SHORB, J. et al. (2021): Secondary Protein Structure in Silk. Disponible en: https://chem.libretexts.org/Ancillary_Materials/Exemplars_and_Case_Studies/Exemplars/ Culture/Secondary_Protein_Structure_in_Silk [Consulta: 3 de enero de 2021].
- Wu, Z., Huang, D., Hu, Z. et al. (2014): «A new consolidation system for aged silk fabrics: interaction between ethylene glycol diglycidyl ether, silk fibroin and artificial aged silk fabrics». Fibers and Polymers, 15 (6), pp. 1146-1152.
- YATAGAI, M., MAGOSHI, Y., BECKER, M. et al. (2000): «Degradation and Color Fading of silk fabrics Dyed with natural Dyes and Mordants». En: Cardamomo, J. y Panadero, M. (eds.) Historic Textiles, Papers and Polymers in Museums. ACS Symposium Series 779, pp. 86-97.
- ZHAO, S., PAU, H., LIU, Y. et al. (2019): «Silk fabric protection obtained via chemical conjugation of transgluminase and silk fibroin reinforcement». Textile Research Journal, 89 (21-22), pp. 4581-4594.

Comité organizador del congreso

Miriam Bueso Manzanas. Instituto del Patrimonio Cultural de España Sonia Frías Fernández. Círculo de Bellas Artes María Martín Gil. Instituto del Patrimonio Cultural de España M.ª José Suárez Martínez. Instituto del Patrimonio Cultural de España

Comité científico del congreso

Antonio Álvarez-Ossorio Alvariño. Universidad Autónoma de Madrid M.ª José Cortés Sádaba. Asociación Española de Museólogos Marián del Egido Rodríguez. Filmoteca Española Isabel Díaz Carretero. Consejo Superior de Investigaciones Científicas Soledad Díaz Martínez. Instituto del Patrimonio Cultural de España Mario Omar Fernández Reguera. Universidad de Ios Andes (Colombia) Andrés Gutiérrez Usillos. Museo de América Juan Antonio Herráez Ferreiro. Instituto del Patrimonio Cultural de España Luis Quevedo Herrero. Fundación Española para la Ciencia y la Tecnología (FECYT) Ana Laborde Marqueze. Instituto del Patrimonio Cultural de España Valerie Margar Meurs. Instituto Nacional de Antropología e Historia (México) e ICCROM

Subdirección General del Instituto del Patrimonio Cultural de España

Susana Alcalde Amieva

Consejo editorial

Susana Alcalde Amieva José María Ballester Palazón Juan José Gordón Baeza Cristina Salas Almela Ana Ros Togores Daniel Durán Romero Beatriz Mayans Zamora Beatriz Gonzalo Alconada Estrella Martín Castellano Isabel Arias Sánchez

Coordinación científica

Miriam Bueso Manzanas María Martín Gil

Coordinación editorial

Isabel Arias Sánchez Isabel Burgos Ávila

