



Universitat Rovira i Virgili

Escola Tècnica Superior d'Enginyeria Química

Departament d'Enginyeria Química

Producción de tableros de fibras a partir de *Miscanthus sinensis*

Memoria presentada por

Jorge Alberto Velásquez Jiménez

para optar al Título de Doctor en Ingeniería Química

Tarragona, 2002

El Dr. Joan Salvadó Rovira, Profesor Titular de Universidad del Departament d' Enginyeria Química de la Universitat Rovira i Virgili, director del trabajo de investigación realizado por Sr. Jorge Alberto Velásquez Jiménez titulado:

PRODUCCIÓN DE TABLEROS DE FIBRAS A PARTIR DE *Miscanthus sinensis*

para optar al grado de Doctor en Ingeniería Química por la Universidad Rovira i Virgili,

HACE CONSTAR:

Que el citado trabajo es original y que todos los resultados presentados y los análisis realizados son fruto de su investigación.

Y para vuestro conocimiento y los efectos que correspondan, firma este documento.

Tarragona, 28 de febrero de 2002

Joan Salvadó Rovira

Deseo expresar mi agradecimiento a todas las personas y entidades que me han ayudado a llevar a cabo la presente investigación.

En primer lugar, al presidente y a los miembros del tribunal por aceptar ser miembros de éste.

A la Universitat Rovira i Virgili y a la Universidad Pontificia Bolivariana por el soporte económico que me han brindado.

Al Departament d'Enginyeria Química por poner a mi disposición sus instalaciones y por su apoyo económico.

Al Dr. Joan Salvadó Rovira, director del presente trabajo.

A los miembros del grupo de Biopolímeros Vegetales por sus consejos y sugerencias.

A los compañeros del programa de doctorado del departamento de Ingeniería Química y especialmente al señor Anton Dafinov.

A Vesselina Pashova por su permanente apoyo.

A todos los amigos.

RESUMEN

Se han logrado fabricar tableros de fibras sin aditivos de calidad comercial a partir de *Miscanthus sinensis*. El *M. sinensis* es una planta tipo caña de origen asiático cuyo cultivo ha sido adaptado a las condiciones europeas y está siendo estudiada como sustituto de cultivos agroalimentarios. El *M. sinensis* ha sido pretratado con vapor, posteriormente se ha secado, molido y prensado para formar los tableros. Se han optimizado tanto las condiciones del pretratamiento como las del prensado. Los tableros de fibras obtenidos se pueden utilizar como materiales de construcción sustitutos de la madera y de los plásticos. El hecho de que no tengan aditivos sintéticos representa una gran ventaja pues las resinas utilizadas hasta ahora como aditivos son derivados del petróleo (recurso no renovable). Por otra parte las emisiones de algunos residuos de dichas resinas en el producto final están sometidas a una legislación ambiental muy severa. Actualmente los tableros de fibras se fabrican, principalmente, a partir de madera. El *M. sinensis*, comparado con la madera, ofrece un mayor rendimiento pues para su cultivo se requiere menos área y menos tiempo. Uno de los mayores problemas de los tableros de fibras hechos a partir de plantas anuales como el *M. sinensis* es el rápido deterioro que sufren en ambientes húmedos, el pretratamiento con vapor disminuye drásticamente dicha sensibilidad a la humedad. También se ha verificado que la adición, de hasta un 30%, de lignina kraft a los tableros mejora algunas propiedades mecánicas sin deteriorar las demás características. La lignina kraft es un residuo de la madera utilizada en la producción del papel y actualmente se usa como combustible en las papeleras. La lignina dentro de los tableros cumple funciones adhesivas y de relleno.

PUBLICACIONES

- Velásquez, J., F. Ferrando, X. Farriol y J. Salvadó. **Binderless Fiberboard from Steam Exploded *Miscanthus sinensis***. *Wood Science and Technology*. Aceptado para publicación en el volumen 2 o 3 del 2002.
- Velásquez, J., F. Ferrando y J. Salvadó. **Binderless fiberboard from steam exploded *Miscanthus sinensis*: the effect of a grinding process**. *Holz als Roh- und Werkstoff*. Aceptado para publicación en el volumen 1 o 2 del 2003.
- Velásquez, J., F. Ferrando and J. Salvadó. **Binderless fiberboard from steam exploded *Miscanthus sinensis*: optimization of pressing and pretreatment conditions**. *Wood Science and Technology*. En proceso de revisión.
- Velásquez, J., F. Ferrando y J. Salvadó. **Effects of Kraft Lignin Addition in the Production of Binderless Fiberboard From Steam Exploded *Miscanthus sinensis***. En preparación.

Índice

ÍNDICE	I
RELACIÓN DE FIGURAS	III
RELACIÓN DE TABLAS.....	IV
I. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS	1
1.1 Introducción	1
1.2 Objetivos	2
1.3 Hipótesis.....	2
II. ANTECEDENTES.....	4
2.1 El <i>Miscanthus sinensis</i> como materia prima	4
2.2 Pretratamiento con vapor de materiales lignocelulósicos	6
2.3 Tableros de fibras sin aditivos ni enlazantes	8
2.4 El efecto de la molienda	10
2.5 La lignina como adhesivo en tableros de fibras	10
III. METODOLOGÍA	14
3.1 Equipos.....	14
3.1.1 Equipo para el pretratamiento con vapor	14
3.1.2 Equipo para el prensado de los tableros.....	14
3.1.3 Equipo para la determinación de las propiedades mecánicas	14
3.1.4 Equipo para la molienda de la pulpa.....	15
3.2 Materiales.....	16
3.3 Métodos.....	21
3.3.1 Pretratamiento con vapor de las astillas.....	21
3.3.2 Molienda de la pulpa	21
3.3.3 Preparación de los tableros	21
3.3.4 Caracterización fisicomecánica	22
3.3.5 Análisis químico de las astillas y de las pulpas pretratadas.....	22
3.3.6 Microscopía Electrónica	23
3.3.7 Diseño de Experimentos	23
IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	26
4.1 Optimización inicial.....	26
4.1.1 Elección de los factores, las variables de respuesta y el diseño experimental	26
4.1.2 Variables de respuesta fisicomecánicas	28
4.1.3 Variables de respuesta químicas	52
4.1.4 Análisis de las relaciones existentes entre las diferentes variables de respuesta	60
4.2 Efecto de la molienda.....	64
4.2.1 Elección de los factores, las variables de respuesta y el diseño experimental	64
4.2.2 Análisis de variancia.....	64
4.2.3 Análisis fotográfico	71
4.3 Optimización final.....	73
4.3.1 Elección de los factores, las variables de respuesta y el diseño experimental	73
4.3.2 Densidad	74
4.3.3 Propiedades mecánicas (MOR, MOE, IB).....	78
4.3.4 Propiedades físicas (TS, WA).....	86
4.4 Adición de lignina después del pretratamiento con vapor	91
4.4.1 Elección de los factores, las variables de respuesta y el diseño experimental	91
4.4.2 Diseño de tamizado.....	92
4.4.3 Diseño de optimización	97
4.5 Adición de lignina antes del pretratamiento con vapor.....	112

4.5.1	Lignina retenida en la pulpa.....	112
4.5.2	Propiedades fisicomecánicas	113
V.	CONCLUSIONES	115
5.1	Optimización inicial.....	115
5.1.1	Propiedades fisicomecánicas	115
5.1.2	Propiedades químicas	117
5.1.3	Relaciones entre variables de respuesta.....	117
5.2	Efecto de la molienda.....	119
5.3	Optimización final.....	119
5.4	Adición de lignina después del pretratamiento	120
5.5	Adición de lignina antes del pretratamiento.....	121
VI.	ANEXOS	122
6.1	Diseño de experimentos	122
6.1.1	¿Qué es el diseño experimental?.....	122
6.1.2	Análisis de variancia.....	122
6.1.3	Gráficos para el análisis.....	128
6.2	Reactor discontinuo de 8 l.....	130
6.2.1	Descripción del equipo	130
6.2.2	Procedimiento de operación.....	131
6.3	Caracterización del material lignocelulósico	133
6.3.1	Humedad.....	133
6.3.2	Cenizas.....	134
6.3.3	Extractivos acuosos	135
6.3.4	Extractivos orgánicos.....	136
6.3.5	Lignina Klason.....	136
6.3.6	Azúcares elementales por HPLC	138
6.4	Equipo de prensado.....	138
6.4.1	Descripción del equipo	138
6.4.2	Método de operación	139
6.5	Caracterización de los tableros.....	141
6.5.1	Propiedades físicas.....	141
6.5.2	Propiedades mecánicas	143
6.6	Equipo de medida de las propiedades mecánicas.....	147
6.6.1	Marco de tracción	147
6.6.2	Sistema de accionamiento y reducción mecánica	147
6.6.3	Regulación de la velocidad.....	148
6.6.4	Instrumentos para el ensayo de tracción	148
6.6.5	Instrumentos para el ensayo de flexión.....	149
6.6.6	Sensores	150
6.6.7	Recolección y tratamiento de los datos.....	150
VII.	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	152

Relación de Figuras

Figura 1. Equipo para el pretratamiento con vapor	15
Figura 2. Equipo para el prensado de los tableros.....	16
Figura 3. Dispositivo para la determinación del enlace interno.	17
Figura 4. Descripción del aparato de flexión.....	18
Figura 5. Equipo para la determinación de las propiedades mecánicas	19
Figura 6. Molino de cuchillas Retsch	20
Figura 7. Gráficos para el análisis de la densidad: optimización inicial	31
Figura 8. Gráficos para el análisis del MOR: optimización inicial	39
Figura 9. Gráficos para el análisis del MOE: optimización inicial	40
Figura 10. Gráficos para el análisis del IB: optimización inicial	45
Figura 11. Gráficos para el análisis del TS: optimización inicial.....	49
Figura 12. Gráficos para el análisis de la WA: optimización inicial.....	50
Figura 13. Gráficos para el análisis de la celulosa	56
Figura 14. Gráficos para el análisis de la lignina	57
Figura 15. Gráficos para el análisis de las hemicelulosas	58
Figura 16. Gráficos de correlación entre propiedades físico-mecánicas y densidad	62
Figura 17. Gráficos de correlación entre composición química y propiedades físico-mecánicas.....	63
Figura 18. Promedios e Intervalos LSD al 95%: Efecto de la molienda.....	67
Figura 19. Microfotografía SEM de la pulpa sin moler	72
Figura 20. Microfotografía SEM de la pulpa molida	72
Figura 21. Foto de la pulpa molida y la pulpa sin moler.....	73
Figura 22. Gráficos para el análisis de la densidad: optimización final.....	76
Figura 23. Gráficos para el análisis del MOR: optimización final.....	81
Figura 24. Gráficos para el análisis del MOE: optimización final.....	82
Figura 25. Gráficos para el análisis del IB: optimización final.....	85
Figura 26. Gráficos para el análisis del TS: optimización final	89
Figura 27. Gráficos para el análisis de la WA: optimización final.....	90
Figura 28. Gráficos para el análisis de la apariencia: efecto de la lignina	96
Figura 29. Gráficos para el análisis de la densidad: adición de lignina.....	100
Figura 30. Gráficos para el análisis del MOR: adición de lignina	104
Figura 31. Gráfico para el análisis del MOE: adición de lignina	105
Figura 32. Gráficos para el análisis del IB: adición de lignina	107
Figura 33. Gráfico para el análisis del TS: adición de lignina	110
Figura 34. Gráficos para el análisis de la WA: adición de lignina	111
Figura 35. Esquema del equipo de prensado (A=1150 mm, B=850 mm, C=1835 mm, D=860 mm, E=387 mm).....	139
Figura 36. Esquema del ensayo de flexión.....	145
Figura 37. Marco de tracción y flexión (con el dispositivo de flexión)	147
Figura 38. Mordazas para el ensayo de tracción	149
Figura 39. Tacos para el ensayo de tracción.....	149
Figura 40. Probeta para el ensayo de flexión	150

Relación de Tablas

Tabla I. Composición media del <i>M. sinensis</i> e intervalo de confianza al 95%	20
Tabla II. Resultados del diseño de experimentos para las propiedades fisicomecánicas	30
Tabla III. Análisis de variancia para la densidad: optimización inicial.....	32
Tabla IV. Análisis de variancia para el MOR: optimización inicial	36
Tabla V. Análisis de variancia para el MOE: optimización inicial	37
Tabla VI. Análisis de variancia para el IB: optimización inicial.....	43
Tabla VII. Análisis de variancia para el TS: optimización inicial	46
Tabla VIII. Análisis de variancia para la WA: optimización inicial	47
Tabla IX. Resultados del diseño de experimentos para las propiedades químicas.....	51
Tabla X. Análisis de variancia para las cenizas.....	53
Tabla XI. Análisis de variancia para la celulosa	54
Tabla XII. Análisis de variancia para la lignina	55
Tabla XIII. Análisis de variancia para las hemicelulosas.....	55
Tabla XIV. Resultados de los experimentos para analizar el efecto de la molienda.....	65
Tabla XV. Análisis de variancia para la densidad: efecto de la molienda	66
Tabla XVI. Análisis de variancia para el MOE: efecto de la molienda	68
Tabla XVII. Análisis de variancia para el MOR: efecto de la molienda.....	68
Tabla XVIII. Análisis de variancia para la WA: efecto de la molienda.....	69
Tabla XIX. Análisis de variancia para el TS: efecto de la molienda.....	70
Tabla XX. Análisis de variancia para el IB: efecto de la molienda.....	70
Tabla XXI. Resultados del diseño de experimentos de la optimización final.....	75
Tabla XXII. Análisis de variancia para la densidad: optimización final.....	77
Tabla XXIII. Análisis de variancia para el MOR: optimización final.....	79
Tabla XXIV. Análisis de variancia para el MOE: optimización final.....	80
Tabla XXV. Análisis de variancia para el IB: optimización final.....	83
Tabla XXVI. Análisis de variancia para el TS: optimización final.....	86
Tabla XXVII. Análisis de variancia para la WA: optimización final	87
Tabla XXVIII. Resultados del diseño de tamizado para la adición de lignina.....	93
Tabla XXIX. Análisis de variancia para la Apariencia: Tableros con lignina	94
Tabla XXX. Resultados del diseño de experimentos de la optimización con lignina.....	98
Tabla XXXI. Análisis de variancia para la densidad: adición de lignina.....	99
Tabla XXXII. Análisis de variancia para el MOR: adición de lignina.....	101
Tabla XXXIII. Análisis de variancia para el MOE: adición de lignina	103
Tabla XXXIV. Análisis de variancia para el IB: adición de lignina	106
Tabla XXXV. Análisis de variancia para el TS: adición de lignina.....	108
Tabla XXXVI. Análisis de variancia para la WA: adición de lignina	109
Tabla XXXVII. Comparación de la lignina Klason de pulpas con y sin lignina añadida ..	112
Tabla XXXVIII. Propiedades fisicomecánicas de los tableros con lignina añadida antes del pretratamiento.....	113
Tabla XXXIX. Residuos en un análisis de variancia	125

I. Introducción y objetivos

1.1 Introducción

La deforestación actual es un llamado a la búsqueda de sustitutos adecuados de la madera tanto para la fabricación de papel y derivados de celulosa como para su utilización como elemento de construcción. Los tableros de fibras hechos a partir de residuos agrícolas serían una excelente solución en el caso de la construcción.

La emisión de formaldehído de los tableros de fibras que se usan hoy en día representa un peligro para el usuario. Dicha emisión proviene de las resinas normalmente utilizadas en la fabricación de estos materiales.

El *Miscanthus sinensis* es una planta con alto potencial como cultivo energético y fuente de celulosa para fabricar tableros de fibras. Por otra parte esta planta anual está siendo investigada por la Comunidad Europea como sustituto de cultivos agroalimentarios.

Se cree que el tratamiento con vapor plastifica la lignina presente en la fibra del *M. sinensis* mejorando la capacidad intrínseca de enlace de la fibra tratada y que también mejora la estabilidad dimensional al provocar la hidrólisis de las hemicelulosas del material. Así mismo es posible que la adición de lignina exógena antes de prensar los tableros mejore la adhesión entre las fibras y contribuya a la estabilidad dimensional del producto.

Por lo tanto es importante explorar la idoneidad del *M. sinensis* para la fabricación de tableros de fibras. Adicionalmente se intenta que éstos no contengan ningún tipo de aditivo sintético por razones ecológicas y económicas.

1.2 Objetivos

El **objetivo general** de este trabajo es desarrollar tableros de fibras de calidad comercial a partir de *Miscanthus sinensis*, mediante una tecnología no agresiva con el medio ambiente.

Los **objetivos particulares** son:

- Producir tableros sin aditivos sintéticos a partir de dicho vegetal previamente tratado con vapor a alta temperatura.
- Optimizar las condiciones de tiempo y temperatura del pretratamiento así como del prensado para lograr las mejores propiedades fisicomecánicas.
- Estudiar el efecto de una molienda suave del material previa al prensado en caliente.
- Evaluar el efecto de adicionar lignina exógena como aditivo antes y después del tratamiento con vapor.
- Explicar la naturaleza del enlace que proporciona resistencia al tablero con ayuda del análisis de los efectos químicos y morfológicos que sobre el material tiene el tratamiento con vapor a alta temperatura así como el proceso de prensado.

1.3 Hipótesis

La **hipótesis general** del presente trabajo es:

Se pueden producir tableros de calidad comercial a partir del vegetal no leñoso tipo caña llamado *Miscanthus sinensis*, utilizando tecnologías no agresivas con el medio ambiente.

Las **hipótesis secundarias** son:

- Es posible producir tableros sin aditivos a partir de *Miscanthus sinensis* tratado con vapor a alta temperatura aprovechando la capacidad intrínseca de enlace de la fibra tratada la cual se debe principalmente a la plastificación de la lignina.
- Existen unas condiciones óptimas de tiempo y temperatura tanto de pretratamiento como de prensado las cuales dan origen a las mejores propiedades físico – mecánicas de los tableros.
- Una molienda suave del material previa a la etapa de prensado mejora la resistencia a la tracción perpendicular a las caras del tablero así como su estabilidad dimensional, sin por ello deteriorar las propiedades mecánicas de flexión.
- La adición de lignina exógena al material antes o después del pretratamiento con vapor mejora la estabilidad dimensional del tablero así como sus propiedades mecánicas.
- El tratamiento con vapor a alta temperatura produce cambios en la composición química y morfológica del *M. sinensis* los cuales son responsables, en último término, de las propiedades físico – mecánicas de los tableros fabricados a partir de éste.

II. Antecedentes

2.1 El *Miscanthus sinensis* como materia prima

El *Miscanthus sinensis*, o hierba elefante, es un vegetal no leñoso tipo caña procedente del Este asiático que está siendo estudiado por diversos grupos de investigadores de toda Europa, integrados, gracias a una iniciativa del “Directorate General XII” de la Unión Europea (UE), en la “*European Miscanthus Network*”. El objetivo de esta red consiste en determinar la capacidad de adaptación de la planta y sus producciones en diversas localizaciones geográficas con diferentes características climáticas¹. El interés en esta planta procede de los cambios en la estrategia agrícola de la Comunidad Europea la cual desea reemplazar los cultivos agroalimentarios, en los cuales se tiene una sobreproducción, por cultivos con objetivos energéticos. Dentro de la búsqueda de cultivos energéticos se han venido explorando diferentes especies^{2, 3}. Adicionalmente el *M. sinensis* posee unas características que hacen que pueda ser considerado como una especie próxima a lo que se ha dado en llamar el “cultivo energético ideal” (ideal fuel crop). Estas características son, en resumen⁴:

1. Una alta producción, que llega a las 40 t ha⁻¹ año⁻¹ de un material con bajo contenido de humedad.
2. Una alta eficiencia en la conversión de la radiación solar en la fotosíntesis.
3. Mayor eficiencia en la utilización del agua y el nitrógeno lo cual debería reducir sus necesidades de fertilizantes nitrogenados e irrigación.

El cultivo anual puede ser cosechado a partir del segundo año, aunque los rendimientos son aún bajos. A partir del tercer año éste alcanza su total desarrollo, llegando a una altura de 4 m, con rendimientos altos⁵ en condiciones climáticas europeas con un ciclo productivo anual.

La capacidad de adaptación del *M. sinensis* a las condiciones climáticas de la península Ibérica ha sido claramente establecida, tanto para clima atlántico^{6, 7} como mediterráneo⁸. Actualmente, en las proximidades de Santiago de Compostela, se mantiene una plantación experimental de *Miscanthus sinensis* cuya producción anual se encontraba cerca de las 22.5 t ha⁻¹ año⁻¹ en 1997 y va en aumento. Algunas de las plantas se trasladaron y fueron replantadas en un terreno costero (Rianxo –A Coruña) y la producción aumentó hasta un valor de 34 t ha⁻¹ año⁻¹ en 1996.

El aprovechamiento del *M. sinensis* como fuente de fibras celulósicas ha sido parcialmente evaluado⁹ mediante digestiones sosa/antraquinona, obteniéndose pulpas químicas de propiedades (resistencia a la tensión, rasgado y blancura) similares o mejores que las del eucalipto con rendimientos entre 46% y 52%. También se realizaron digestiones semiquímicas del tipo NSSC (Neutral Sulfite Semi-Chemical) con rendimientos del 75%, la resistencia a la tensión de la pulpa obtenida no fue tan buena. En cualquier caso las pulpas de *M. sinensis* mostraron ser mejores que las obtenidas a partir de otras plantas anuales. En último término se ensayó la producción de tableros, obteniéndose muy bajos valores para el enlace interno y una baja estabilidad dimensional. En otro estudio se ha ensayado la producción de pulpas alcalinas a partir de *M. sinensis*¹⁰, se han obtenido buenos rendimientos (cerca del 60%) así como valores aceptables de lignina residual (menos del 10%). También se han aplicado al *M. sinensis* métodos organosolv para el fraccionamiento del material

lignocelulósico⁷. Se ha probado también la obtención de una pulpa mecánica con un 20% de *M. sinensis*⁸. Así mismo se ha ensayado la fabricación de tableros de partículas a partir de astillas de *M. sinensis*, utilizando resinas del tipo PMDI (difenilmetano-4,4'-diisocianato polimérico) como adhesivo, obteniendo resultados satisfactorios¹¹.

2.2 Pretratamiento con vapor de materiales lignocelulósicos

Desde la década de los 70 se han considerado diferentes posibilidades para el uso de materiales lignocelulósicos residuales de diferentes procedencias para la fabricación de tableros^{12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19}. Una técnica habitual es la de realizar un pretratamiento termomecánico en el que se hidrolizan una buena parte de las hemicelulosas y se plastifica la lignina. Esta técnica tiene su origen en el proceso de pulpeo propuesto por Mason²⁰, el cual dio origen a la llamada pulpa Masonite que se utiliza para fabricar tableros por vía húmeda, de forma similar a la fabricación del papel. La secuencia de operación para obtener dicha pulpa es la siguiente²¹:

- El recipiente se carga con el material lignocelulósico y se cierra.
- Se admite inmediatamente vapor de baja presión (24 bar, 220°C), las astillas alcanzan de esta manera una temperatura cercana a los 190°C. Se mantiene así unos 30 a 40 s.
- Se admite vapor de alta presión de tal manera que la presión en el recipiente se eleva hasta 67 bar, 280°C en 3 s y se mantiene durante 5 s.

- Se abre la válvula de descarga y las astillas explotan debido a la diferencia de presiones y el vapor en expansión las expulsa hacia fuera. El vapor y las fibras se separan en un ciclón.

El resultado de este pretratamiento es una pulpa marrón que ha perdido gran parte de las hemicelulosas debido a una hidrólisis favorecida por la formación de ácido acético, las hexosas y pentosas resultantes se extraen fácilmente de la pulpa mediante un lavado; adicionalmente la lignina se debilita tanto física como químicamente fluyendo más fácilmente²². Se ha demostrado también que el pretratamiento con vapor modifica la estructura del material facilitando la extracción y redistribución de la lignina sobre las fibras^{23, 24}. Este tipo de pretratamiento también se ha utilizado para el fraccionamiento de paja de trigo^{25, 26} y de otros materiales lignocelulósicos. Se ha propuesto una variación de este pretratamiento con el objetivo principal de mejorar la estabilidad dimensional de tableros²⁷, el material lignocelulósico se ha tratado con vapor a 15.5 bar, 200°C durante tiempos entre 1 y 5 min. lográndose que el hinchamiento de tableros de partículas enlazados con resinas urea-formaldehído disminuyera casi un tercio con respecto al control. En esta misma dirección se ha demostrado²⁸ que una temperatura de pretratamiento mayor (210°C) durante 10 min. ofrece mejores resultados. Sin embargo, el mecanismo involucrado en tales mejoras de la estabilidad dimensional mediante el pretratamiento con vapor no está completamente claro. Permanece como hipótesis que el pretratamiento con vapor incrementa la compresibilidad de la madera y reduce el nivel de esfuerzo interno inducido en cada partícula cuando se prensa en caliente^{29, 30}. En otro estudio se ha demostrado que el pretratamiento con vapor reduce la higroscopicidad de las fibras³¹. Se pueden obtener una amplia variedad de tableros atendiendo al tipo de material de partida y a los

parámetros de operación, tanto en la fase de prensado (presión, temperatura, tiempo) como en la de pretratamiento con vapor o líquido saturados (temperatura, tiempo, presencia de aditivos o catalizadores)³².

2.3 Tableros de fibras sin aditivos ni enlazantes

Desde un punto de vista ambiental y económico la producción de tableros sin resinas enlazantes es benéfica: en primer término porque los materiales lignocelulósicos son reciclables y renovables y en segundo porque las resinas utilizadas en la fabricación de tableros convencionales provienen de fuentes fósiles, las cuales no son renovables y encarecen el producto. Además, no son necesarios periodos de curado lo cual se traduce en un ahorro económico. Estos tableros tampoco tendrán ninguna emisión de formaldehído, la cual está sujeta a una legislación muy severa.

Se han realizado ingentes esfuerzos para producir tableros formados en seco sin la adición de resinas enlazantes. Utilizando bagazo de caña, sin pretratamiento, se han obtenido muy buenos resultados en la fabricación de tableros sin aditivos, trabajando a altas densidades³³. Con un pretratamiento a 180°C posterior a la formación del tablero, se han logrado obtener tableros aceptables a partir de paja de arroz³⁴. A partir de pulpa Masonite sin lavar se han obtenido tableros formados en seco de muy buenas características sin adicionar ningún aditivo^{32, 35, 36}, también se ha evaluado el efecto de la severidad del pretratamiento, sugiriendo que la mejoría en las propiedades a altas severidades se debe al incremento de finos en el material que produce el mencionado pretratamiento. En dicho trabajo se ha demostrado igualmente que se pueden obtener tableros de similar calidad a partir de una misma materia prima sin importar en la formación del tablero se lleve a cabo en seco o en húmedo. Se ha presentado un

proceso similar para la fabricación de tableros sin aditivos³⁷, involucra éste un tratamiento tipo Masonite, la pulpa obtenida no se lava y después de seca se muele para ser prensada posteriormente en caliente a alta temperatura, los tableros obtenidos tienen un color oscuro. En trabajos recientes^{38, 39} se han elaborado tableros sin aditivos a partir de palma de aceite, la temperatura del pretratamiento utilizada ha estado entre 210°C y 235°C, de nuevo el material se ha secado sin lavarlo y se ha prensado a muy altas presiones entre 250 bar y 400 bar, las propiedades de los tableros obtenidos satisfacen los requerimientos estándar. Por otra parte se han obtenido tableros sin aditivos de buena calidad a partir de serrín de conífera pretratado a 217°C durante 2.8 min.⁴⁰. En este trabajo se ha evaluado el efecto de las condiciones de prensado sobre la calidad de los tableros, se ha visto que las temperaturas de prensado deben ser por lo menos de 200°C para asegurar que la lignina pueda fundir y fluir. En general las mejores propiedades se alcanzaron a la más alta temperatura, 230°C y la influencia del tiempo de prensado no fue significativa.

Como parte del presente trabajo, se ha explorado la idoneidad del *Miscanthus sinensis* pretratado con vapor para fabricar tableros sin aditivos y se han tratado de optimizar las condiciones de operación tanto para el pretratamiento como para el prensado. Por otro lado se ha realizado una análisis de la composición química del material y de como ésta se va afectada por las diferentes condiciones de pretratamiento. Por lo tanto los resultados obtenidos suministran algo más de información acerca del mecanismo de auto - enlazado que caracteriza este proceso.

2.4 El efecto de la molienda

Se ha observado que durante el proceso de pretratamiento con vapor a alta temperatura del material lignocelulósico, el tamaño de las partículas resultantes disminuye en la medida que se incrementa la severidad de dicho pretratamiento³². Este cambio en el tamaño de la partícula permite obtener tableros con una mayor resistencia a la tracción perpendicular a las caras y una menor absorción de agua. El inconveniente estriba en que el tratamiento a estas altas severidades genera tableros con módulos de elasticidad y de ruptura realmente bajos. Por otra parte en materiales del tipo composite polímero/madera se ha visto⁴¹ que la resistencia y la estabilidad dimensional dependen del tamaño de partícula del relleno lignocelulósico y de si este se ha pretratado con vapor o no, obteniéndose los mejores resultados con material pretratado y de pequeño tamaño de partícula.

En consecuencia en este trabajo también se ha querido analizar el efecto que sobre las propiedades físicas y mecánicas produce una molienda suave de un material tratado a baja severidad, de tal manera que la reducción en tamaño se deba a la molienda y no al pretratamiento. Al tratarse el material a una severidad no muy alta las propiedades mecánicas de flexión de los tableros obtenidos no deberían deteriorarse y con la molienda se espera obtener una mejoría en la resistencia perpendicular a las caras y una disminución en la absorción de agua de dichos tableros.

2.5 La lignina como adhesivo en tableros de fibras

Desde hace bastante tiempo, se ha venido incrementando el interés en encontrar sustitutos para los productos basados en el petróleo. La madera es un recurso natural

renovable el cual podría usarse como una fuente alternativa a las resinas petroquímicas usadas actualmente como adhesivos en los tableros de fibras. La madera y otros cultivos anuales pueden considerarse como materiales compuestos de fibras de celulosa mantenidas juntas mediante una sustancia polimérica termofusible: la lignina. La lignina es un polímero natural, amorfo, constituido por repeticiones de unidades fenilpropano presente en los vegetales.

Existen dos maneras diferentes de utilizar la lignina como adhesivo. La primera consiste en un tratamiento químico de la superficie lignocelulósica aumentando la reactividad de la lignina, permitiendo así la formación de enlaces químicos entre las fibras, bajo condiciones específicas de temperatura y presión. Dentro de este primer método se puede incluir la explosión con vapor del material lignocelulósico. La segunda manera consiste en extraer primero la lignina del material lignocelulósico como un derivado soluble y posteriormente adicionar dichos derivados, ya sea en solución o en forma sólida, sobre los materiales que se quieren adherir. Por supuesto ambas técnicas pueden ser usadas simultáneamente. La combinación de calor y presión genera enlaces químicos entre las superficies de las fibras o indirectamente a través de moléculas entramadas⁴².

De cualquier manera el uso técnico de la lignina a una gran escala esta aún en un nivel muy bajo teniendo en cuenta la cantidad producida mundialmente. Actualmente, la mayoría de los licores producidos en las fabricas de pulpa son incinerados. Solamente cerca del 20% se utiliza para diversos propósitos, tales como dispersantes, materiales peletizantes, etcétera ⁴³. La investigación en este campo ha estado dedicada principalmente a los licores generados en el proceso al sulfito, pues dicho proceso genera un derivado de lignina soluble en agua, los lignosulfonatos. Pero la pulpa

generada en el proceso al sulfito no es tan resistente como la generada por otros procesos y cada vez son menos las plantas que utilizan dicho proceso. Se producen anualmente aproximadamente unos 20 millones de toneladas de lignina kraft y 1.5 millones de lignosulfonatos. Solo unas 35000 toneladas de lignina kraft son aprovechadas⁴⁴.

La lignina kraft se genera como residuo en el proceso de cocción al sulfato de astillas de madera, comúnmente conocido como pulpeo kraft. Durante la cocción al sulfato, la lignina nativa es degradada y disuelta a partir de la madera. La lignina kraft puede recuperarse mediante precipitación a partir del licor negro disminuyendo el pH del mismo⁴⁵. El principal uso de la lignina kraft y el otro material orgánico disuelto en el licor negro ha sido como combustible, de esta manera la mayoría de las plantas de pulpeo kraft son autosuficientes en términos energéticos. Ha habido una intensa investigación en el ámbito mundial para encontrar un mejor uso para la lignina kraft^{46, 47, 48}. Un ejemplo de tales usos alternativos es el tratamiento protector de la madera con Lignina-Cobre⁴⁹ como un reemplazo de los CCA (cobre-cromo-arsénico). El uso de la lignina kraft como un adhesivo o como un componente de un sistema de adhesivos también se ha investigado extensivamente^{50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58}.

Recientemente se ha estudiado la aplicación de la lignina kraft como aditivo a tableros de fibras utilizando sales de aluminio como sustancia fijadora⁵⁹. Este trabajo se ha centrado en pulpas de diferentes maderas y se han logrado buenos resultados en cuanto al incremento de la estabilidad dimensional de los tableros.

Se ha investigado también la adición en tableros de diferentes tipos de ligninas sin ningún tipo de sal enlazante⁶⁰. Los resultados indican que la adición de lignina (hasta un 20%) a pulpa residual de conífera tratada con vapor mejora las propiedades

fisicomecánicas de los tableros producidos. La lignina kraft arrojó mejores resultados que los otros tipos de lignina estudiados.

Teniendo en mente el papel preponderante que juega la lignina en los tableros sin aditivos se quiere explorar la posibilidad de sustituir fibra por lignina. En este trabajo se estudia el efecto de la adición de lignina kraft a la pulpa pretratada del *M. sinensis* en proporciones hasta del 40%.

III. Metodología

3.1 Equipos

3.1.1 Equipo para el pretratamiento con vapor

Consiste en un reactor cilíndrico de 8 litros de acero inoxidable capaz de soportar hasta 40 bar el cual está conectado por medio de una válvula neumática de accionamiento a distancia a un recipiente de 100 litros para efectos de despresurización súbita sin pérdida de material. En la Figura 1 se muestra una foto del equipo utilizado. Al reactor se le alimenta el vapor de alta presión por la zona inferior, el cual proviene de una caldera.

Una descripción más detallada se encuentra en el Anexo.

3.1.2 Equipo para el prensado de los tableros

Se trata de una prensa hidráulica con capacidad para aplicar 60 toneladas de fuerza y un molde de hierro de 50 mm x 150 mm con su respectivo pistón. En la Figura 2 se puede observar una foto de la prensa. Una descripción más detallada se encuentra en el Anexo.

3.1.3 Equipo para la determinación de las propiedades mecánicas

Este equipo ha sido diseñado para cumplir los respectivos estándares y consta fundamentalmente de un motor que por medio de unos engranajes aplica una fuerza conocida a través de un eje. En el extremo de éste se colocan los dispositivos apropiados para medir la resistencia a la flexión o el enlace interno, un dibujo esquemático de dichos dispositivos se muestra en la Figura 3 y en la Figura 4. Se

cuenta con un software de adquisición de datos. En la Figura 5 se muestran el aparato y los diferentes dispositivos. Una descripción más detallada se encuentra en el Anexo.

3.1.4 Equipo para la molienda de la pulpa

El molino utilizado es de cuchillas marca Retsch. En la Figura 6 se puede observar una foto del molino en cuestión.

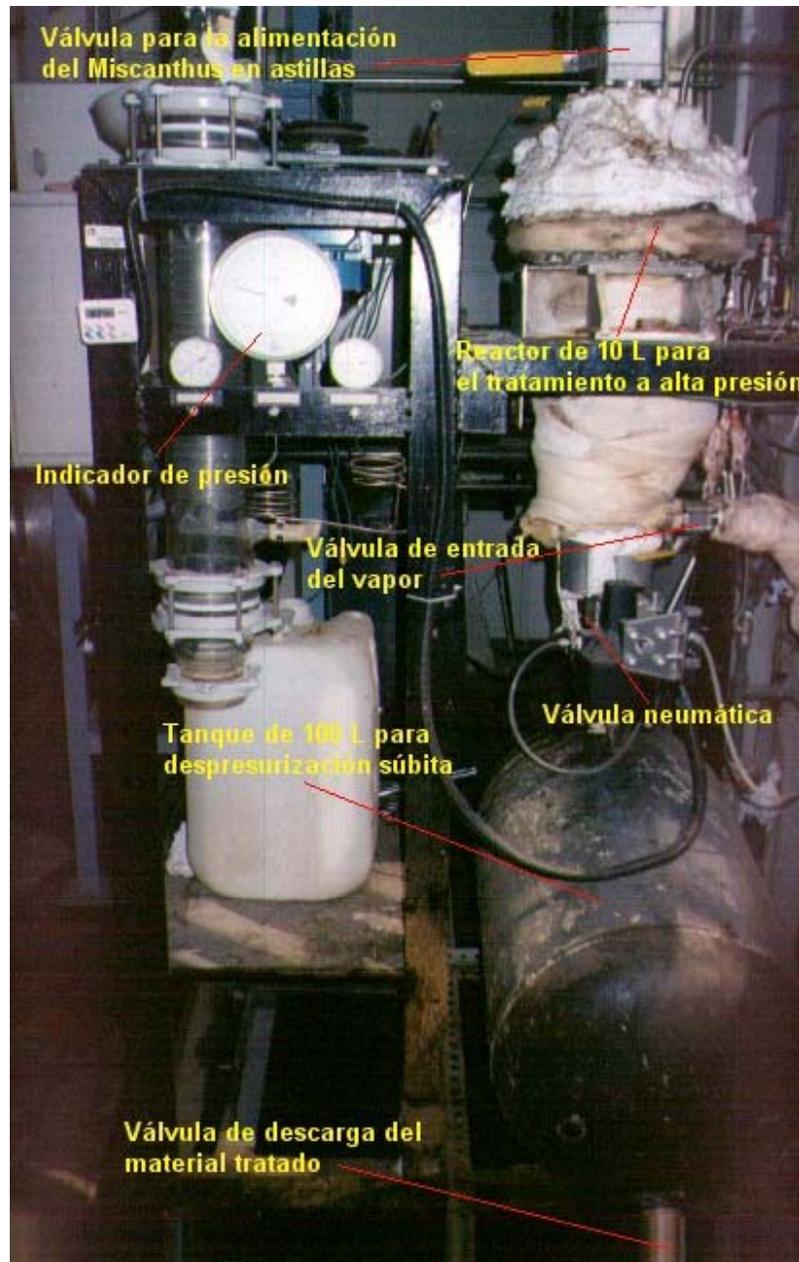


Figura 1. Equipo para el pretratamiento con vapor

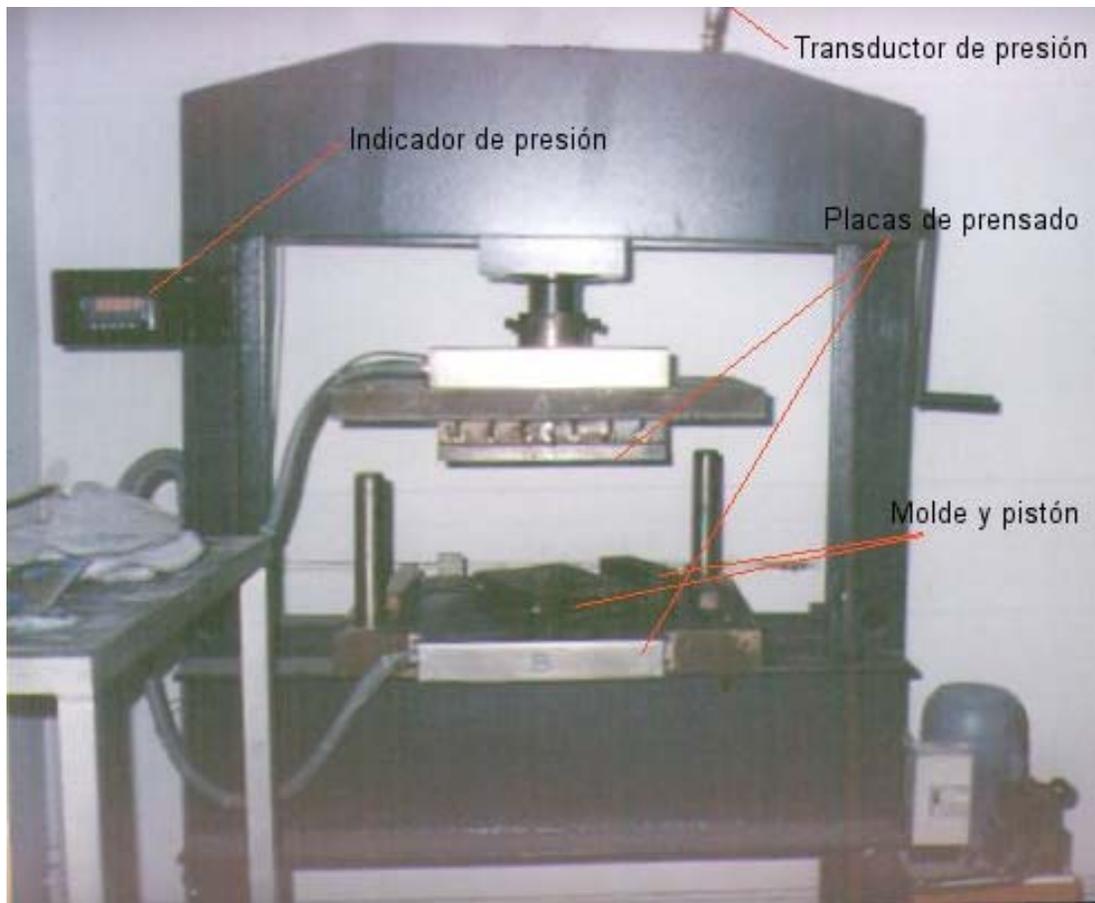


Figura 2. Equipo para el prensado de los tableros

3.2 Materiales

El *Miscanthus sinensis* proviene de las plantaciones de Santiago de Compostela y de Rianxo, Galicia, España. El material (secado al aire) se limpia retirándole la corteza y las hojas. Los tallos limpios se cortan en astillas de un tamaño menor de 5cm con ayuda de un astillador GA100 Black & Decker. Se ha determinado la composición del material y su composición media se muestra en la Tabla I.

En la fabricación de tableros con lignina se ha utilizado lignina kraft comercial en polvo, Curan® 1052, suministrada por Lignotech Ibérica.

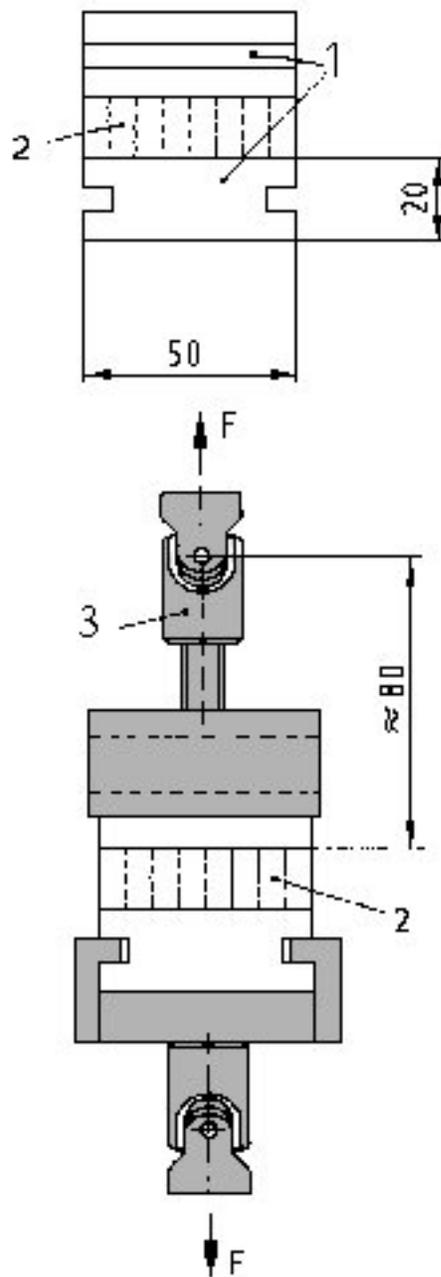


Figura 3. Dispositivo para la determinación del enlace interno.

Medidas en mm.

1. Bloque metálico
2. Probeta
3. Dispositivo de autoalineación con rótula

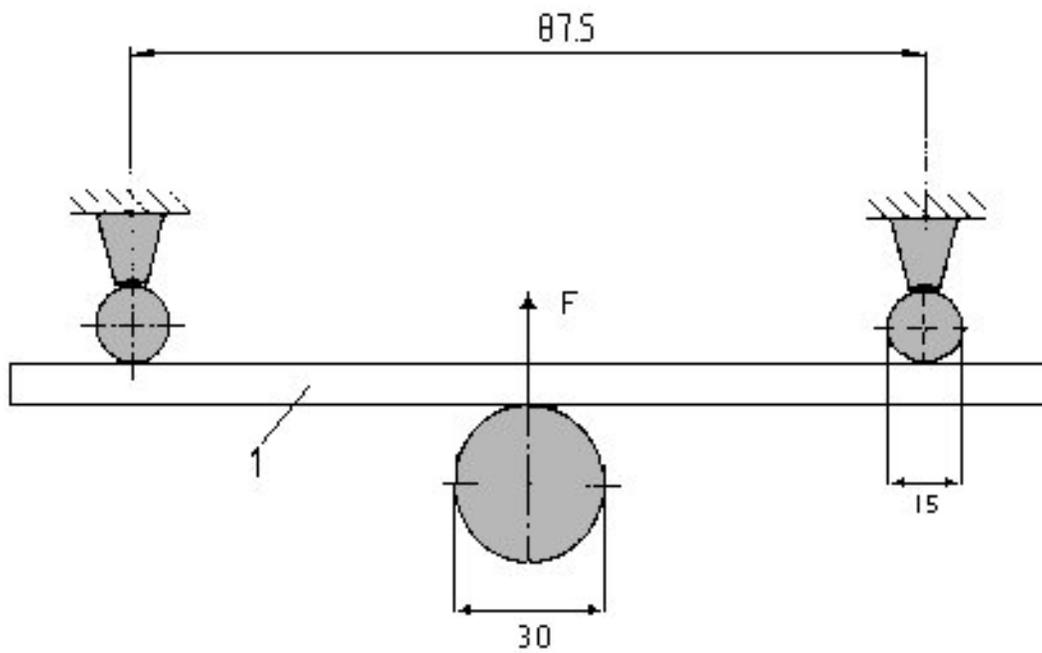


Figura 4. Descripción del aparato de flexión

Medidas en mm
1. Probeta

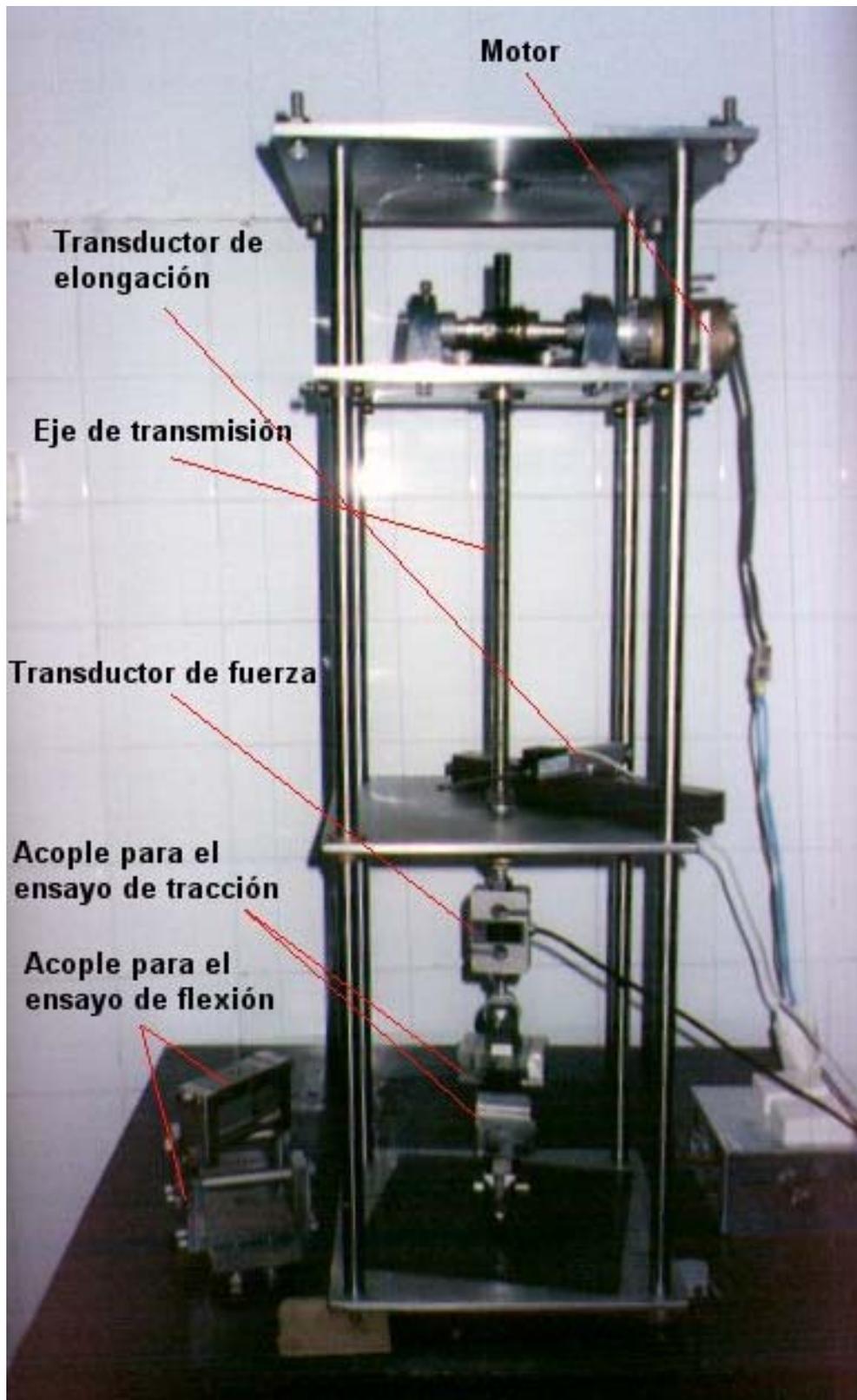


Figura 5. Equipo para la determinación de las propiedades mecánicas



Figura 6. Molino de cuchillas Retsch

Tabla I. Composición media del *M. sinensis* e intervalo de confianza al 95%

Fracción	% Base Sólido Seco
Cenizas	0.7 ± 0.0
Extractivos agua caliente	3.1 ± 0.2
Extractivos etanol/tolueno	1.6 ± 0.1
Lignina Klason	19.9 ± 1.3
Celulosa	42.6 ± 0.5
Xilanas	21.1 ± 0.9
Otras Hemicelulosas	10.1 ± 0.9

3.3 Métodos

3.3.1 Pretratamiento con vapor de las astillas

Las astillas de los tallos del *M. sinensis* previamente limpios (200g base seca por ensayo) se introducen en el reactor (8 litros). La muestra se trata con vapor a las condiciones deseadas de temperatura y tiempo. El material se despresuriza en un recipiente de 100 litros favoreciendo de esta forma la desfibrilación del mismo. Posteriormente la pulpa se filtra y se lava, dejándose secar al aire para su posterior utilización en la fabricación de tableros de fibras.

3.3.2 Molienda de la pulpa

Con el objetivo de estudiar el efecto de una molienda suave, la pulpa seca se muele haciéndola pasar por un tamiz de 4 mm. Únicamente en los experimentos correspondientes a la denominada optimización inicial la pulpa no se molió, pero después de verificar las bondades de la molienda ésta pasa a ser parte integrante del proceso de producción de tableros de fibras.

3.3.3 Preparación de los tableros

El material seco se homogeneiza. Los tableros se preparan a escala de laboratorio mediante técnicas estándar bajo condiciones controladas, el material pretratado se coloca en el molde (150 mm de longitud y 50 mm de ancho)⁶¹. En los casos en los cuales se añade lignina, ésta se mezcla con el material pretratado con ayuda de una batidora eléctrica antes de colocarla en el molde. Se preparan tableros con un espesor objetivo de 3mm y con una densidad objetivo de 1.1g cm^{-3} . Después de colocado el

material en el molde, éste se prensa en caliente en una prensa hidráulica. El ciclo de prensado consiste en tres etapas:

- Preensado durante el tiempo de consigna a la presión y a la temperatura deseada.
- Se deja respirar durante 1 minuto.
- Se prensa a la presión de consigna durante el tiempo deseado a la temperatura deseada.

Un procedimiento más detallado se describe en el Anexo.

3.3.4 Caracterización fisicomecánica

Todas las medidas se hacen según las respectivas normas UNE EN (Ver Anexo). Los tableros se acondicionan a 20°C y 65% HR previamente a las pruebas físico – mecánicas (32394). Las resistencias mecánicas se caracterizan mediante el módulo de ruptura, MOR (31094), el módulo de elasticidad, MOE (31094) y la tracción perpendicular a las caras, IB (31994) y la estabilidad dimensional se caracteriza mediante el hinchamiento en espesor, TS (31794) y la absorción de agua, WA (31794). Adicionalmente se determina la densidad (32394). De acuerdo con los estándares Europeos, los requerimientos para estas propiedades son los siguientes⁶²: Densidad $>800 \text{ Kg/m}^3$, MOR $\geq 40 \text{ MPa}$, MOE $\geq 3000 \text{ MPa}$, IB $\geq 0.7 \text{ MPa}$, WA $\leq 30\%$ and TS $\leq 20\%$.

3.3.5 Análisis químico de las astillas y de las pulpas pretratadas

Las pulpas pretratadas así como las astillas originales se analizan químicamente usando métodos estándar de la ASTM (Ver Anexo) para humedad (E-871-82), cenizas (D-1102-84), extractivos en agua caliente (D-1110-84), extractivos en

etanol/tolueno (D-1107-84) y lignina Klason (D-1106-84, modificado⁶³). Los carbohidratos provenientes del hidrolizado de la lignina Klason se analizan mediante cromatografía líquida (HPLC), el equipo está conformado por un módulo de bombas, una columna Bio-Rad HPX-87H mantenida a una temperatura de 40°C y un detector de índice de refracción. Como eluyente se utiliza una solución de acetonitrilo en ácido sulfúrico 0.005M (84% v/v) a un caudal de 0.5 ml/min. El volumen de inyección utilizado es de 20 µL.

3.3.6 Microscopía Electrónica

La técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM) se utiliza para encontrar información acerca de los cambios estructurales causados en la pulpa por la molienda. Las muestras se secan utilizando la técnica del punto crítico²⁴, se preparan en un soporte y son rociadas con oro hasta cubrir por completo la muestra. Se observan a voltajes de aceleración de 15 kV y a una distancia de 39 mm. Para la ampliación se utiliza un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM6400.

3.3.7 Diseño de Experimentos

Se utilizan varios métodos estadísticos para el análisis de los datos (una descripción más detallada se muestra en el Anexo). También se verifica la idoneidad del modelo. No está de más recordar que los métodos estadísticos no pueden probar que un factor dado tiene un efecto particular. Sólo proporcionan directrices para la veracidad y validez de los resultados. Los métodos estadísticos, aplicados adecuadamente, no permiten probar algo experimentalmente, sólo hacen posible obtener el probable error de una conclusión, o asignar un nivel de confianza a los resultados. Entre las herramientas utilizadas para la tarea se deben mencionar las siguientes:

Análisis de variancia (ANOVA)

En este tipo de análisis, la variabilidad de la respuesta en cuestión se secciona en partes separadas correspondientes a cada uno de los efectos. Luego se prueba cual de dichos efectos es estadísticamente significativo comparando la media de cuadrados con un estimado del error experimental. En este caso los análisis se llevan a cabo a un nivel de confianza del 95%.

En la tabla de ANOVA un área bajo a curva menor de 0.05 indicará que el efecto es estadísticamente significativo.

La estadística R^2 (coeficiente de determinación) indica que porcentaje de la variabilidad de la respuesta explica el modelo ajustado. Naturalmente mientras más cercana esté al 100% es mejor el modelo ajustado. La estadística SDR (desviación estándar de los residuos) da una idea de la dispersión de los datos con respecto al modelo, mientras más pequeña mejor.

Diagrama de Pareto

El diagrama de Pareto (véase Figura 7) muestra cada uno de los efectos estimados en orden de magnitud decreciente. La longitud de cada barra es proporcional al efecto estandarizado, el cual se calcula como el efecto estimado dividido por su error estándar. Esto es equivalente a calcular la estadística t para cada efecto. La línea vertical puede usarse para juzgar cuales efectos son estadísticamente significativos. Cualquier barra que se extienda más allá de la línea corresponde a un efecto el cual es estadísticamente significativo a un nivel de confianza del 95%.

Gráfico de efectos principales

Este gráfico (ejemplo: Figura 7) muestra la variable de respuesta analizada como una función de cada factor experimental. En cada uno de los gráficos, el factor de interés

se varía desde su nivel bajo hasta su nivel alto, mientras todos los otros factores se mantienen constantes en sus valores centrales.

Gráficos de interacción

Este gráfico (véase Figura 7) muestra la variable de respuesta estimada como una función de pares de factores. En cada uno de los gráficos, el primer factor se varía desde su nivel bajo hasta su nivel alto. En una línea, el segundo factor se mantiene constante en su nivel bajo. En la otra línea, el segundo factor se mantiene constante en su nivel alto. Todos los otros factores se mantienen constantes en sus valores centrales. Una diferencia en la pendiente de dichas líneas implica una interacción entre ambos factores.

Gráficos de superficies de respuesta

Este gráfico (ejemplo: Figura 7) muestra la variable de respuesta estimada como una función de dos factores. La altura de la superficie representa el valor de la variable de respuesta. Los otros factores se mantienen constantes.

Gráficos valor predicho contra valor observado

Este es un gráfico de diagnóstico (ejemplo: Figura 7), muestra los valores observados de la variable de respuesta contra los valores predichos por el modelo ajustado. Mientras más cercanos estén los puntos a la línea diagonal, mejor será el modelo en predecir los valores observados. Dicho gráfico permite observar además la variabilidad de los datos experimentales.

IV. Resultados y discusión

Este capítulo se divide en varias partes. Se muestran en éste los resultados obtenidos en diferentes fases de la investigación. Inicialmente se presentan los resultados de la primera optimización del proceso de pretratamiento y prensado, en esta fase de la experimentación aun no se tenía claridad sobre la ubicación exacta de la región óptima, por esto se ha llamado *optimización inicial*. En segundo lugar se analiza el efecto de la molienda del material antes de prensarlo. Posteriormente y como una continuación lógica de la optimización inicial, se amplían las pesquisas y se determina con exactitud la región óptima, a esta fase de la experimentación se le ha llamado *optimización final*. Por último se explican los alcances logrados con la adición de lignina kraft a los tableros antes y después del pretratamiento con vapor.

4.1 Optimización inicial

Esta sección se divide en dos partes fundamentales. En la primera se discuten las respuestas fisicomecánicas y en la segunda las químicas. Cada variable de respuesta se analiza independientemente a luz de los métodos estadísticos del diseño de experimentos. Posteriormente se analizan algunas interacciones si corresponde. Para el análisis se ha utilizado el software de cálculo estadístico Statgraphics Plus 5.0™ (2000).

4.1.1 Elección de los factores, las variables de respuesta y el diseño experimental

Los factores que se analizan son aquellos que por experiencias anteriores se sabe que tienen una influencia importante sobre la calidad del tablero. Los niveles a los cuales se ha hecho el experimento son fruto del análisis bibliográfico, en especial

del trabajo más reciente del grupo de investigación de biopolímeros vegetales de la Universidad Rovira i Virgili⁴⁰.

En cuanto a las propiedades fisicomecánicas los factores que se analizan en el proceso de fabricación de los tableros y sus respectivos niveles son:

- A: Temperatura del pretratamiento con vapor (Tr): 204°C - 228°C
- B: Tiempo del pretratamiento con vapor (tr): 2 min. - 5 min.
- C: Temperatura del prensado (Tp): 150°C – 210°C
- D: Tiempo de prensado (tp): 5 min. - 15 min.

Las respuestas fisicomecánicas que se analizan en los tableros producidos son:

- Densidad (ρ)
- Resistencia a la flexión (MOR)
- Módulo de elasticidad (MOE)
- Enlace interno (IB)
- Hinchamiento en espesor (TS)
- Absorción de agua (WA)

En cuanto a las propiedades químicas, solo se tienen dos factores:

- A: Temperatura del pretratamiento con vapor (Tr): 204°C - 228°C
- B: Tiempo del pretratamiento con vapor (tr): 2 min. - 5 min.

Las respuestas en este caso son las cantidades de:

- Celulosa (a partir de la determinación de glucosa en los hidrolizados de la lignina Klason)
- Lignina

- Hemicelulosas (a partir de la determinación de xilosa en los hidrolizados de la lignina Klason)
- Cenizas
- Proporción Celulosa/Lignina

El diseño experimental elegido para el caso de las propiedades fisicomecánicas es un Draper-Lin compuesto central, ortogonal y rotatable. Consta de 23 ensayos con 7 repeticiones en el centro del espacio muestral.

Ahora para el caso de las propiedades químicas se toma una parte del diseño anterior. Este diseño es del tipo factorial 2^2 más estrella, ortogonal. Consta de 16 ensayos con 8 repeticiones en el centro del espacio muestral.

4.1.2 Variables de respuesta fisicomecánicas

Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla II. En esta tabla se incluye el factor de severidad⁶⁴ ($\log [Ro]$), el cual agrupa la temperatura y el tiempo de pretratamiento en una única variable dando una severidad global del pretratamiento. Para cada una de las variables de respuesta se ha llevado a cabo un análisis de variancia. Todas las pruebas de hipótesis se han realizado a un nivel de confianza del 95%.

4.1.2.1 Densidad (ρ)

El ANOVA para la densidad se muestra en la Tabla III y los gráficos respectivos en la Figura 7. Se observa claramente que solo dos factores, tiempo y temperatura del pretratamiento, son significativos. El modelo ajustado en este caso da una R^2 de 93.1% y una desviación estándar de los residuos (SDR) de 38.4 kg/m^3 . La superficie de respuesta correspondiente indica que un incremento en la severidad del

pretratamiento incrementa la densidad mostrando una conducta asintótica. Como la masa de material añadida y la presión de prensado se han mantenido constantes, un incremento en la densidad implica necesariamente una disminución en la resistencia a la compresión del material, resultados en esta misma dirección ya se habían obtenido con otros materiales²⁷.

Tabla II. Resultados del diseño de experimentos para las propiedades fisicomecánicas

Tr: temperatura del pretratamiento; tr: tiempo de pretratamiento; Tp: temperatura de prensado; tp: tiempo de prensado; log(Ro): severidad del pretratamiento; ρ : densidad; MOE: módulo de elasticidad; MOR: módulo de ruptura; TS: hinchamiento en espesor; WA: absorción de agua; IB: enlace interno, En Gris: repeticiones

Ensayo	FACTORES					VARIABLES DE RESPUESTA					
	Tr (°C)	tr (min)	Tp (°C)	tp (min)	log (Ro)	ρ (kg/m ³)	MOE (MPa)	MOR (MPa)	TS(%)	WA %	IB (MPa)
1	228,0	5,0	150,0	5,0	4,5	1121	1122	15,0	22,4	36,5	2,9
2	204,0	5,0	150,0	15,0	3,8	1164	5432	37,1	31,0	62,2	1,3
3	216,0	3,5	180,0	18,4	4,0	1178	6046	48,2	14,6	26,3	1,2
4	228,0	2,0	210,0	15,0	4,1	1132	5599	36,1	15,7	7,7	1,2
5	236,2	3,5	180,0	10,0	4,6	1101	2624	8,4	16,8	20,6	2,6
6	204,0	2,0	210,0	5,0	3,4	983	3292	15,9	44,1	58,4	0,7
7	216,0	3,5	230,5	10,0	4,0	1183	5627	29,0	3,5	8,3	1,8
8	216,0	3,5	129,5	10,0	4,0	1096	3785	29,0	19,6	42,8	2,0
9	216,0	3,5	180,0	10,0	4,0	1122	4166	39,9	6,0	25,9	1,4
10	216,0	3,5	180,0	10,0	4,0	1143	4746	38,5	5,0	23,6	1,2
11	216,0	3,5	180,0	10,0	4,0	1122	5340	47,2	13,8	26,1	1,2
12	216,0	3,5	180,0	1,6	4,0	1095	4474	37,9	7,4	28,8	1,2
13	216,0	3,5	180,0	10,0	4,0	1128	4596	33,4	36,3	48,1	2,0
14	204,0	5,0	210,0	15,0	3,8	1146	5352	43,1	7,8	17,7	2,0
15	216,0	3,5	180,0	10,0	4,0	1204	6006	46,1	4,3	23,9	2,2
16	216,0	1,0	180,0	10,0	3,4	982	3149	18,5	95,0	114,4	0,3
17	216,0	3,5	180,0	10,0	4,0	1179	5426	40,5	7,0	30,3	1,4
18	228,0	2,0	150,0	15,0	4,1	1194	5857	45,3	24,9	39,0	2,1
19	228,0	5,0	210,0	5,0	4,5	1195	4953	14,2	17,6	16,4	1,0
20	204,0	2,0	150,0	5,0	3,4	918	1991	15,9	160,5	167,7	0,5
21	216,0	3,5	180,0	10,0	4,0	1202	6069	45,1	18,8	36,3	2,4
22	195,8	3,5	180,0	10,0	3,4	922	1570	8,1	62,2	93,2	0,2
23	216,0	6,0	180,0	10,0	4,2	1233	5267	44,8	10,7	24,0	1,2

Diagrama de Pareto Estandarizado para la Densidad

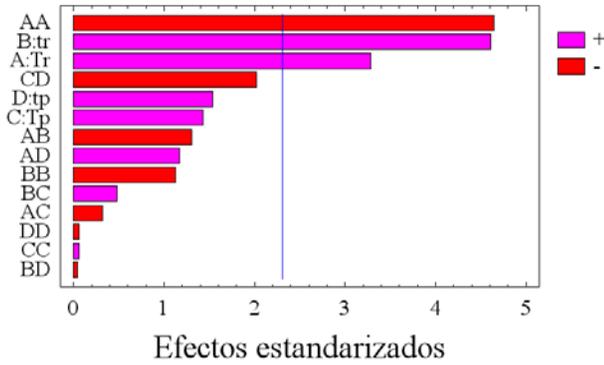


Gráfico de Efectos Principales para la Densidad

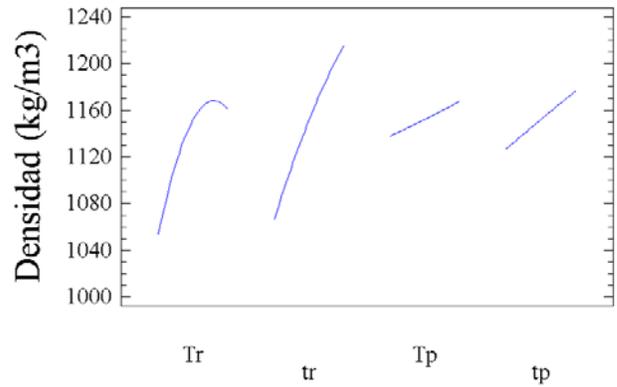
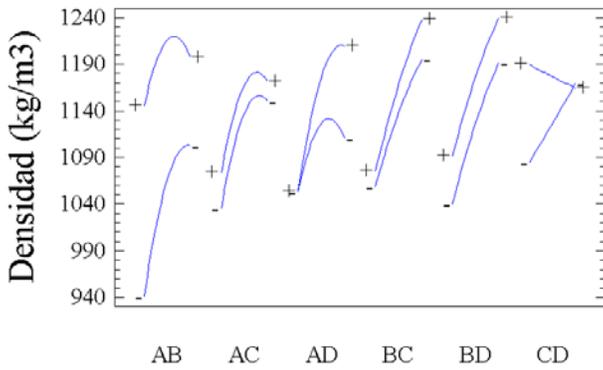
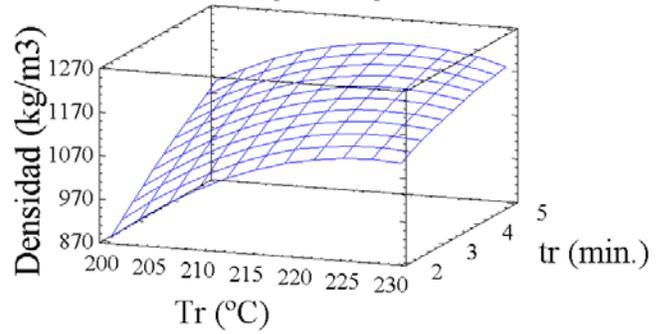


Gráfico de Interacción para la Densidad



Superficie de Respuesta Estimada

$T_p=180^\circ\text{C}$, $t_p=10$ min.



Superficie de Respuesta Estimada

$T_r=216^\circ\text{C}$, $t_r=3.5$ min.

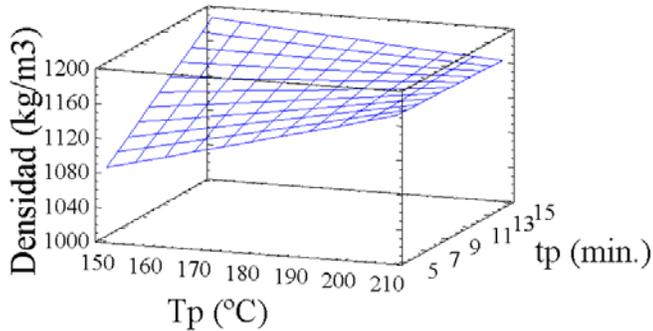


Gráfico de Densidad

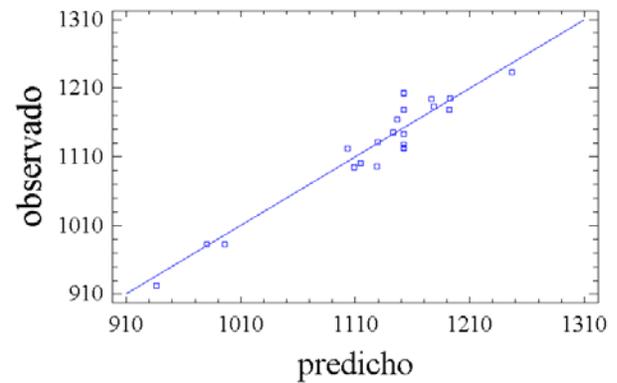


Figura 7. Gráficos para el análisis de la densidad: optimización inicial

Se observa también de la superficie de respuesta que el tiempo de pretratamiento tiene una influencia mayor a bajas que a altas temperaturas, esto se debe probablemente a que a altas temperaturas la transferencia de calor al material es más rápida.

Tabla III. Análisis de variancia para la densidad: optimización inicial

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: Tr	15949	1	15949	10.79	0.0111
B: tr	31425.2	1	31425.2	21.26	0.0017
C:Tp	3025.79	1	3025.79	2.05	0.1904
D: tp	3486.12	1	3486.12	2.36	0.1631
AA	31830.1	1	31830.1	21.54	0.0017
AB	2508.34	1	2508.34	1.7	0.2289
AC	152.251	1	152.251	0.1	0.7565
AD	2012.84	1	2012.84	1.36	0.2768
BB	1877.59	1	1877.59	1.27	0.2924
BC	347.161	1	347.161	0.23	0.6409
BD	2.62888	1	2.62888	0	0.9674
CC	5.10283	1	5.10283	0	0.9546
CD	6033.51	1	6033.51	4.08	0.0780
DD	5.38825	1	5.38825	0	0.9533
Error total	11824.5	8	1478.06		
Total (corr.)	171001	22			

En cuanto a las condiciones de prensado se ha dicho⁶⁵ que un incremento en la temperatura de prensado debería incrementar la densidad, aunque en este caso se trabajó con una conífera. En cualquier caso dichas afirmaciones no se pueden confirmar con el análisis presentado, ya que los efectos cuantificados tanto para el tiempo como para la temperatura de prensado son superados por el error experimental.

Del gráfico de interacción en la Figura 7 se concluye que la única interacción es entre C y D, es decir, entre la temperatura y el tiempo de prensado. Esta interacción no es estadísticamente importante como se observa del diagrama de Pareto, en la misma figura.

Se puede constatar una muy buena correlación entre los valores observados y los valores predichos por el modelo, tal como se observa en el gráfico respectivo. El modelo ajustado es el siguiente:

$$\begin{aligned} \text{Densidad} = & -15639.6 + 142.119 \times Tr + 388.501 \times tr + 4.20545 \times Tp - 49.9243 \times tp - \\ & 0.310812 \times Tr^2 - 1.52849 \times Tr \times tr - 0.0121181 \times Tr \times Tp + 0.410768 \times Tr \times tp - \\ & 4.83142 \times tr^2 + 0.146389 \times tr \times Tp - 0.118757 \times tr \times tp + 6.29676 \times 10^{-3} \times Tp^2 - \\ & 0.183083 \times Tp \times tp - 0.0232938 \times tp^2 \end{aligned}$$

A partir de este modelo, si el objetivo fuera maximizar la densidad, se encontrarían los siguientes valores para los niveles de los factores dentro del intervalo analizado:

	<i>Tr</i> (°C)	<i>tr</i> (min.)	<i>Tp</i> (°C)	<i>tp</i> (min.)	Valor máximo
Densidad	223.5	6.0	129.5	18.4	1337.2 kg/m ³

Los valores sombreados se refieren a factores que no son estadísticamente significativos, esto quiere decir en último término que dichos factores se podrían

dejar en los valores más convenientes sin que por ello se afecte sustancialmente el valor máximo de la densidad.

Estudios previos han demostrado que mientras mayor es la densidad mejores son las propiedades mecánicas,^{35, 66} por lo tanto parece que existe una clara correlación entre la densidad y algunas de las propiedades que se analizarán a continuación. Si esto fuera cierto los factores significativos, las formas de las superficies de respuesta, etc. deberían ser muy similares. Se analizarán con cuidado estas posibles correlaciones de tal manera que se puedan diferenciar los efectos sin lugar a confusión.

4.1.2.2 Propiedades mecánicas (MOR, MOE, IB)

El módulo de resistencia y el módulo de elasticidad se analizan en conjunto ya que provienen de un mismo ensayo, el de flexión. Los ANOVAS para el MOR y el MOE se muestran en la Tabla IV y en la Tabla V respectivamente. Los gráficos para los respectivos análisis en la Figura 8 y en la Figura 9. En ambos casos todas las variables tienen importancia estadística, algo extraño si se compara con los resultados obtenidos para la densidad y la tan reclamada correlación entre dichas variables, “... Por lo tanto las conclusiones podrían derivarse igualmente bien de las curvas de gravedad específica o de las curvas del módulo de ruptura...”⁶⁷ El modelo ajustado para el MOR da una R^2 de 94.6% y una desviación estándar de los residuos de 5.2 MPa, en cuanto al MOE se obtiene un R^2 de 91.8% y una SDR de 708.5 MPa. A partir de las superficies de respuesta a condiciones de prensado constante se observa un máximo en la temperatura de pretratamiento y que los mejores resultados tanto para el MOR como para el MOE se obtienen a bajas temperaturas y

tiempos largos. Es posible que el pretratamiento a bajas temperaturas preserve la estructura fibrilar y bajo estas condiciones un tiempo largo favorece las transferencias de calor y masa permitiendo que las modificaciones que causa el vapor tengan lugar. Confirma esta apreciación el hecho de que el efecto del tiempo sea más marcado a bajas que a altas temperaturas, lo cual se observa con claridad en ambas superficies de respuesta. En cuanto al efecto de la temperatura de pretratamiento, el comportamiento encontrado es bastante similar al reportado para una mezcla de astillas de frondosas,³² en donde la temperatura óptima de pretratamiento se encuentra alrededor de los 230°C, a partir de la cual las propiedades mecánicas en cuestión disminuyen notablemente.

Tabla IV. Análisis de variancia para el MOR: optimización inicial

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: Tr	0.045	1	0.045	0.00	0.9687
B: tr	345.845	1	345.845	12.59	0.0075
C:Tp	1.17157	1	1.17157	0.04	0.8416
D: tp	53.0444	1	53.0444	1.93	0.2022
AA	1794.87	1	1794.87	65.32	0.0000
AB	299.87	1	299.87	10.91	0.0108
AC	32	1	32	1.16	0.3120
AD	227.954	1	227.954	8.3	0.0205
BB	88.1533	1	88.1533	3.21	0.1111
BC	25.92	1	25.92	0.94	0.3599
BD	0.231288	1	0.231288	0.01	0.9292
CC	172.229	1	172.229	6.27	0.0367
CD	0.72	1	0.72	0.03	0.8754
DD	44.5794	1	44.5794	1.62	0.2385
Error total	219.837	8	27.4797		
Total (corr.)	171001	22			

Tabla V. Análisis de variancia para el MOE: optimización inicial

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: Tr	555764	1	555764	1.11	0.3236
B: tr	2.24E+06	1	2.24E+06	4.46	0.0676
C:Tp	4.56E+06	1	4.56E+06	9.08	0.0167
D: tp	1.23E+06	1	1.23E+06	2.46	0.1557
AA	1.49E+07	1	1.49E+07	29.75	0.0006
AB	2.64E+06	1	2.64E+06	5.26	0.0510
AC	690771	1	690771	1.37	0.2747
AD	1.25E+06	1	1.25E+06	2.49	0.1531
BB	791751	1	791751	1.58	0.2448
BC	916428	1	916428	1.82	0.2138
BD	56324.4	1	56324.4	0.11	0.7464
CC	35388.3	1	35388.3	0.07	0.7974
CD	3.74E+06	1	3.74E+06	7.44	0.0259
DD	350501	1	350501	0.7	0.4278
Error total	4.02E+06	8	502401		
Total (corr.)	4.91E+07	22			

La diferencia más importante entre dicho estudio y éste radica en que aquel se realizó con el resto de las condiciones constantes y por lo tanto no se podía observar la interacción existente entre el tiempo y la temperatura de pretratamiento, es decir, a tiempos cortos de pretratamiento (2.5 min.), como los que trabajaron ellos, el máximo para el *M. sinensis* está alrededor de 220°C, pero éste es tan solo un máximo relativo, ya que a tiempos más largos (5 min.) dicho máximo se encuentra 200°C, siendo este un máximo absoluto dentro de la región trabajada. La diferencia

entre ambos máximos es de unos 15 MPa para el MOR y alrededor de 1000 MPa para el MOE.

Existe otra interacción de importancia para el MOR, según se ve en el gráfico respectivo (Figura 8), entre la temperatura de pretratamiento (A) y el tiempo de prensado (D), se observa que el máximo se desplaza de altas a bajas temperaturas a medida que aumenta el tiempo, dando un mayor valor del MOR a tiempos largos. Cuando el *M. sinensis* está severamente tratado (altas temperaturas) la duración del prensado favorece la formación de enlaces que mejoran el MOR, pero cuando el pretratamiento no ha sido suficiente para liberar las sustancias enlazantes, la duración del prensado no contribuye a la formación de nuevos enlaces y tan solo deteriora la resistencia de las fibras.

En cuanto al MOE la interacción entre la temperatura y el tiempo de prensado es también significativa. Se observa que a tiempos cortos la temperatura tiene una influencia positiva en el MOE y a tiempos largos dicha influencia casi se pierde y además es negativa. Esto se debe probablemente a dificultades en la transferencia de calor hacia el interior del tablero desde las placas de la prensa cuando el tiempo es corto, dicha dificultad se minimiza notablemente en la medida que se incrementa la temperatura.

El ajuste del modelo a los valores experimentales es bastante bueno tanto para el MOE como para el MOR como se puede ver de los gráficos (Figura 8 y Figura 9).

Los modelos ajustados son los siguientes:

Diagrama de Pareto Estandarizado para el MOR

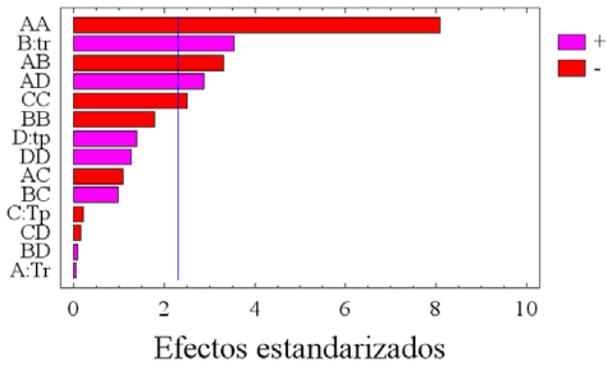


Gráfico de Efectos Principales para el MOR

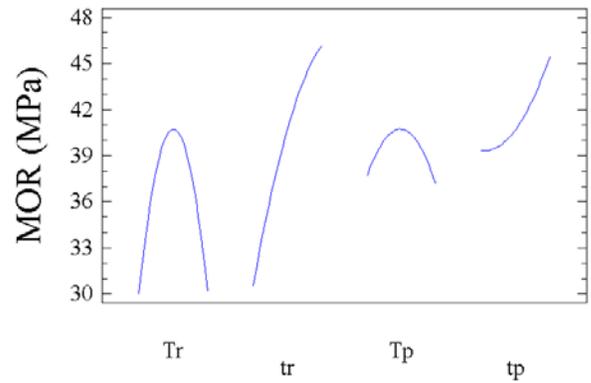
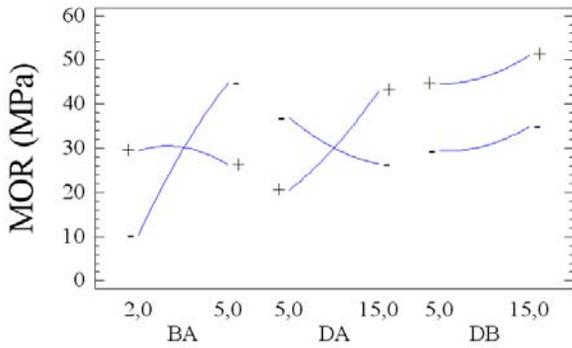
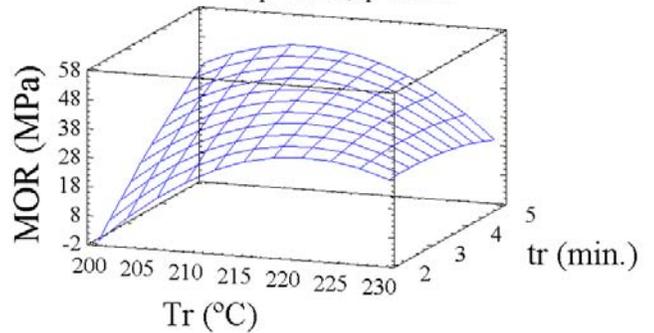


Gráfico de Interacción para el MOR



Superficie de Respuesta Estimada
Tp=180 °C, tp=10 min.



Superficie de Respuesta Estimada
Tr=216 °C, tr=3.5 min.

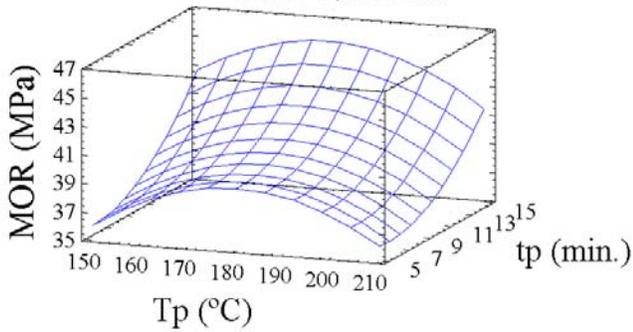


Gráfico de MOR

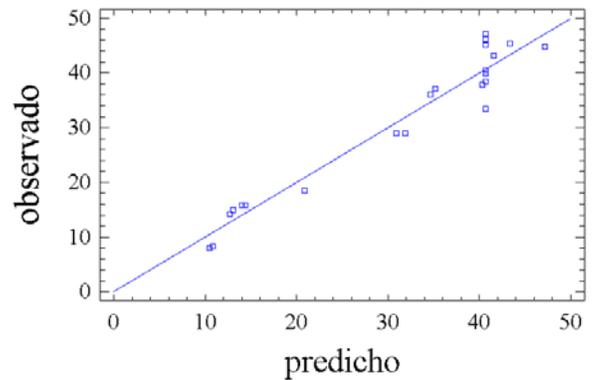


Figura 8. Gráficos para el análisis del MOR: optimización inicial

Diagrama de Pareto Estandarizado para el MOE

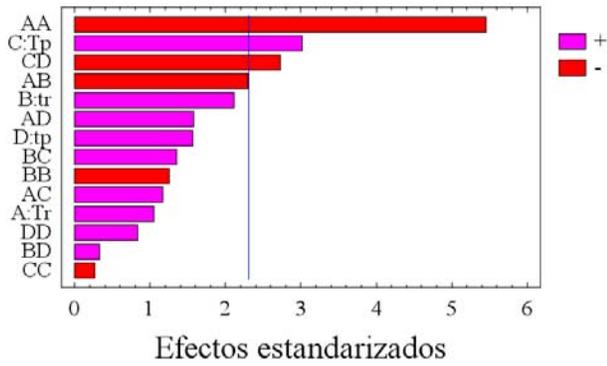


Gráfico de Efectos Principales para el MOE

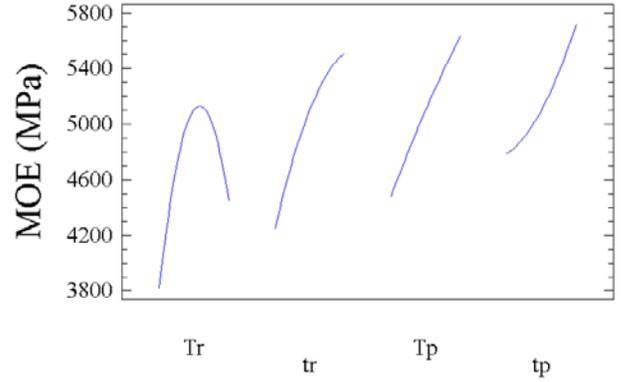
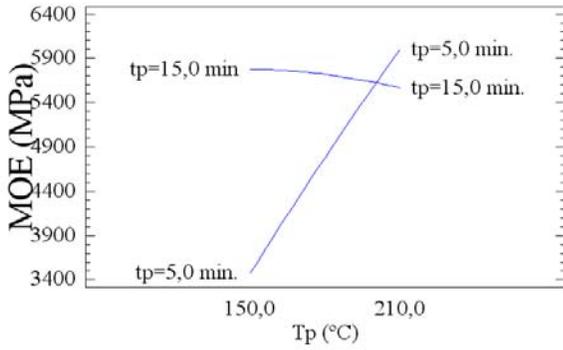
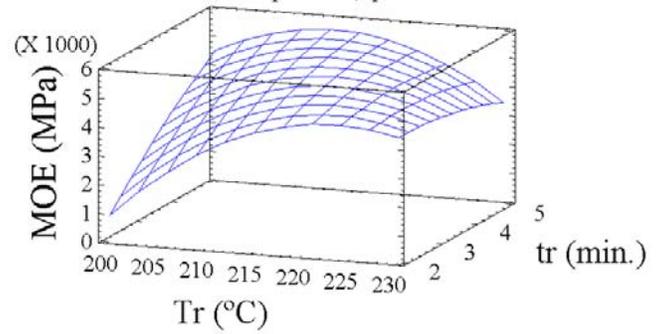


Gráfico de Interacción para el MOE



Superficie de Respuesta Estimada

Tr=180°C, tp=10 min.



Superficie de Respuesta Estimada

Tr=216°C, tr=3.5 min.

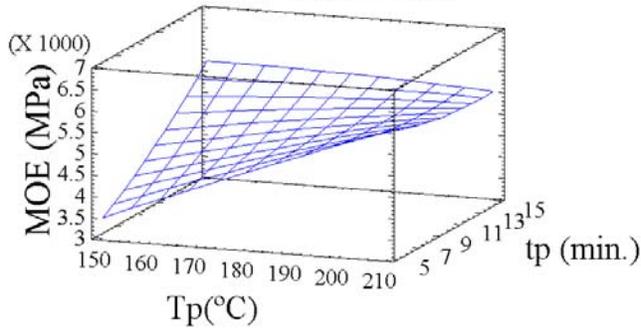


Gráfico de MOE

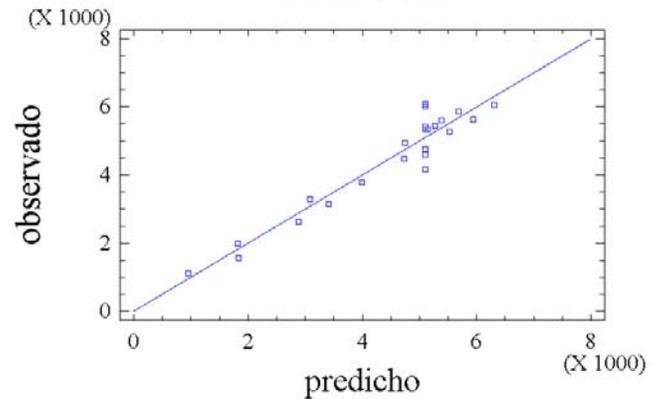


Figura 9. Gráficos para el análisis del MOE: optimización inicial

$$MOR = -3845.78 + 33.3592 \times Tr + 119.142 \times tr + 2.38718 \times Tp - 30.3494 \times tp - 0.0738065 \times Tr^2 - 0.52849 \times Tr \times tr - 5.55556 \times 10^{-3} \times Tr \times Tp + 0.138234 \times Tr \times tp - 1.04687 \times tr^2 + 0.04 \times tr \times Tp + 0.0352251 \times tr \times tp - 3.65818 \times 10^{-3} \times Tp^2 - 0.002 \times Tp \times tp + 0.0670013 \times tp^2$$

$$MOE = -309449.0 + 2859.8 \times Tr + 10304.5 \times tr - 118.917 \times Tp - 1478.5 \times tp - 6.73466 \times Tr^2 - 49.6199 \times Tr \times tr + 0.816243 \times Tr \times Tp + 10.2434 \times Tr \times tp - 99.213 \times tr^2 + 7.52128 \times tr \times Tp + 17.383 \times tr \times tp - 0.0524374 \times Tp^2 - 4.55732 \times Tp \times tp + 5.94101 \times tp^2$$

En este caso son de interés los mayores valores posibles del MOE y del MOR, para esto se busca el máximo a partir de cada uno de los modelos anteriores en la región de trabajo:

	<i>Tr</i> (°C)	<i>tr</i> (min.)	<i>Tp</i> (°C)	<i>tp</i> (min.)	Valor óptimo
MOR	200.7	6.0	230.5	2.2	65.8 MPa
MOE	209.0	6.0	216.4	1.6	8273 MPa

Se observa pues una clara preferencia por un pretratamiento severo, pero cuya severidad se base en el tiempo mas no en la temperatura. Aunque un material se trate a la misma severidad, sus características son diferentes dependiendo de la temperatura.

Es importante señalar que el tiempo de prensado óptimo es bastante bajo, esto es muy beneficioso desde un punto de vista económico. Ya que tanto el tiempo de pretratamiento como la temperatura de prensado arrojan valores óptimos cercanos al extremo de la región explorada, sería deseable profundizar más en dichas variables posteriormente.

El resultado obtenido es bastante similar, en cuanto a condiciones de prensado, al reportado para coníferas⁴⁰ en el cual también se obtiene el máximo de estas

propiedades mecánicas a una temperatura alta de prensado (215°C) y a un tiempo corto (5 min.).

Ahora conviene analizar el enlace interno (IB), dicho enlace representa el enlace ínter – fibra, éste domina la resistencia a la tensión perpendicular a las caras ya que las fibras se orientan principalmente en el plano del tablero.⁶⁸ El ANOVA respectivo se muestra en la Tabla VI y los gráficos para el análisis en la Figura 10. El enlace interno muestra una dispersión más alta que las otras propiedades, esto puede deberse a que en esta prueba está comprometida únicamente el plano más débil, mientras que en el ensayo de flexión todos los planos participan siendo el resultado un promedio, adicionalmente la preparación de las probetas para el ensayo involucra varios pasos y cada paso incrementa el error. El modelo ajustado da una R^2 de 83.5% y una SDR de 0.48 MPa.

Solo dos de las variables, las temperaturas de pretratamiento y prensado, influyen de manera estadísticamente significativa.

Se observa (Figura 10) que los valores de IB se incrementan a medida que la temperatura del pretratamiento aumenta. Esto puede explicarse por un incremento en los finos y por ende del área de enlace, cuando se incrementa la temperatura del pretratamiento.³² Un asunto interesante es el de la interacción entre las temperaturas de prensado y pretratamiento, a bajas temperaturas de pretratamiento, es decir, si el material tiene pocos finos un incremento en la temperatura de prensado aumenta el IB, pero a altas temperaturas de pretratamiento, es decir, con muchos finos el efecto de la temperatura de prensado es contrario. Esto se debe probablemente a que la resistencia de los enlaces entre polímeros disminuyen a altas temperaturas,⁶⁸ además cuando el material se trata con mucha severidad, al secarse, se forman

espontáneamente enlaces bastante fuertes entre las partículas del mismo material (tipo rocas) que se destruyen al prensar, esto no sucede con los materiales poco tratados.

Tabla VI. Análisis de variancia para el IB: optimización inicial

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: Tr	2.90405	1	2.90405	12.63	0.0075
B: tr	0.37845	1	0.37845	1.65	0.2354
C:Tp	0.397519	1	0.397519	1.73	0.2249
D: tp	4.50E-04	1	4.50E-04	0.00	0.9658
AA	0.0384757	1	0.0384757	0.17	0.6932
AB	0.127844	1	0.127844	0.56	0.4774
AC	1.63805	1	1.63805	7.13	0.0284
AD	0.0193153	1	0.0193153	0.08	0.7793
BB	1.08517	1	1.08517	4.72	0.0616
BC	0.02	1	0.02	0.09	0.7755
BD	0.463472	1	0.463472	2.02	0.1934
CC	0.311161	1	0.311161	1.35	0.2782
CD	0.21125	1	0.21125	0.92	0.3658
DD	0.189855	1	0.189855	0.83	0.3900
Error total	1.83899	8	0.229874		

El efecto de la temperatura de prensado es muy diferente al encontrado en un trabajo con coníferas⁴⁰. Con *M. sinensis*, al incrementar la temperatura de prensado, el IB disminuye mientras que con coníferas el efecto es el contrario. Ya que ambos trabajos se han realizado en intervalos de tiempo y temperatura similares, se puede

sospechar que dicha diferencia se deba únicamente a la materia prima. Es posible que la lignina del *M. sinensis* tratado sea de menor peso molecular que la de las coníferas y que por esto fluya a temperaturas mas bajas impregnando las fibras y adhiriéndolas.

El ajuste del modelo a los valores experimentales no es tan bueno pero es suficiente como se puede ver en el gráfico respectivo de la Figura 10. La ecuación del modelo ajustado es la siguiente:

$$IB = -80.4565 + 0.484497 \times Tr + 3.04387 \times tr + 0.202892 \times Tp - 9.00789 \times 10^{-3} \times tp - 3.41721 \times 10^{-3} \times Tr^2 - 0.0109121 \times Tr \times tr - 1.25694 \times 10^{-3} \times Tr \times Tp - 1.27246 \times 10^{-3} \times Tr \times tp - 0.116151 \times tr^2 - 1.11111 \times 10^{-3} \times tr \times Tp + 0.049864 \times tr \times tp - 1.55491 \times 10^{-4} \times Tp^2 + 1.08333 \times 10^{-3} \times Tp \times tp - 4.37247 \times 10^{-3} \times tp^2$$

Para determinar el mayor valor del IB, buscamos el óptimo mediante este modelo en la región de trabajo:

	<i>Tr</i> (°C)	<i>tr</i> (min.)	<i>Tp</i> (°C)	<i>tp</i> (min.)	Valor óptimo
Enlace Interno	236.2	4.6	129.5	10.8	4.5 (MPa)

Nuevamente los valores sombreados indican los factores que no son estadísticamente significativos. Está claro de estos resultados que mientras más severo el tratamiento mejor será para el enlace interno, de todas formas si se quiere mejorar éste se deben sacrificar las demás propiedades mecánicas. En cuanto a la temperatura de prensado el valor óptimo es el más bajo de los estudiados, esto de nuevo va en dirección contraria de las otras propiedades mecánicas. Lo recomendable sería optimizar las otras propiedades y buscarle una solución alterna al enlace interno, tal vez la adición de algún adhesivo de origen natural como la lignina.

Diagrama de Pareto Estandarizado para el IB

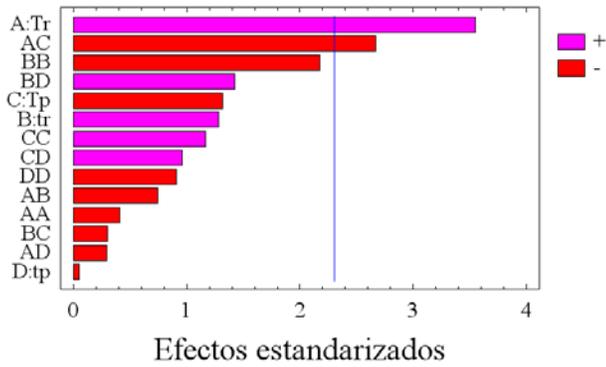


Gráfico de Efectos Principales para el IB

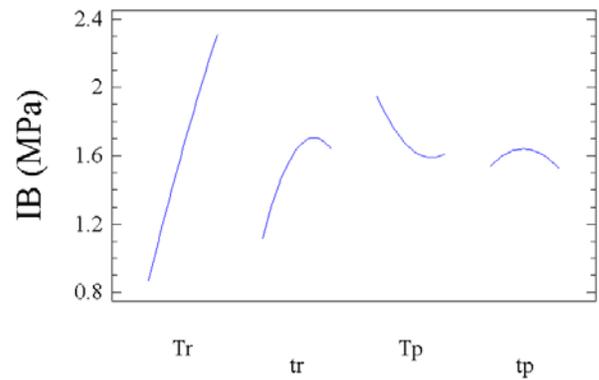
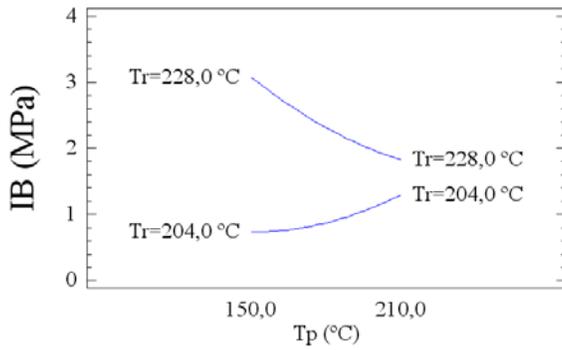
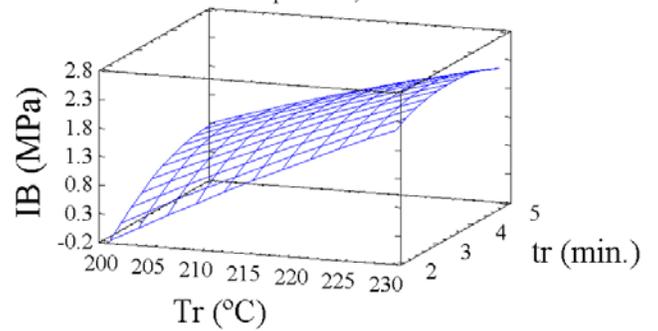


Gráfico de Interacción para el IB



Superficie de Respuesta Estimada
Tp=180°C, tr=10 min.



Superficie de Respuesta Estimada
Tr=216°C, tr=3.5 min.

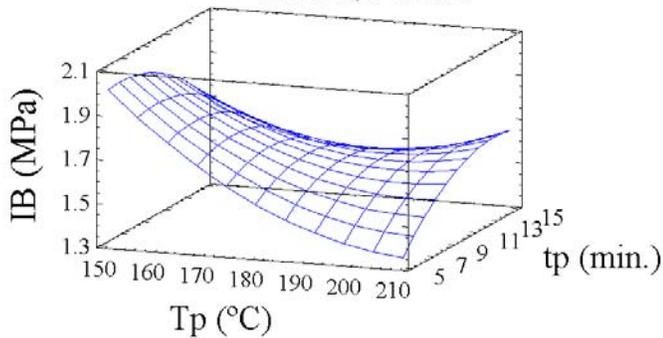


Gráfico de IB

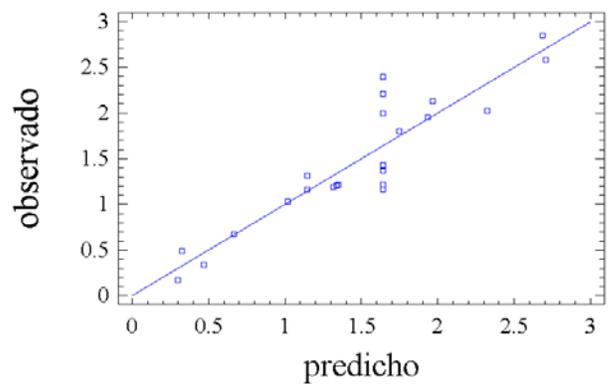


Figura 10. Gráficos para el análisis del IB: optimización inicial

4.1.2.3 Propiedades físicas (TS, WA)

El hinchamiento en espesor (TS) y la absorción de agua (WA) son propiedades que están directamente relacionadas con la estabilidad dimensional y se analizan en conjunto pues provienen del mismo ensayo. Los ANOVAS para el TS y el WA se muestran en la Tabla VII y en la Tabla VIII respectivamente. Los gráficos para los respectivos análisis en la Figura 11 y la Figura 12. En ambos casos existe solamente una variable **no** significativa, el tiempo de prensado.

Tabla VII. Análisis de variancia para el TS: optimización inicial

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: Tr	1030.58	1	1030.58	5.29	0.0505
B: tr	3553.25	1	3553.25	18.22	0.0027
C:Tp	2390.31	1	2390.31	12.26	0.0081
D: tp	25.9198	1	25.9198	0.13	0.7249
AA	1738.44	1	1738.44	8.92	0.0174
AB	1721.18	1	1721.18	8.83	0.0178
AC	1971.92	1	1971.92	10.11	0.0130
AD	60.2078	1	60.2078	0.31	0.5936
BB	3661.36	1	3661.36	18.78	0.0025
BC	1190.72	1	1190.72	6.11	0.0386
BD	155.62	1	155.62	0.80	0.3977
CC	5.31653	1	5.31653	0.03	0.8729
CD	985.68	1	985.68	5.06	0.0547
DD	2.34292	1	2.34292	0.01	0.9154
Error total	1559.89	8	194.986250		

El modelo ajustado da un R^2 de 95.9% para la absorción de agua (WA) y un 94.5% para el hinchamiento en espesor (TS) con unas SDR de 12.6% y 14.0% respectivamente.

Tabla VIII. Análisis de variancia para la WA: optimización inicial

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: Tr	2635.38	1	2635.38	16.73	0.0035
B: tr	4086.08	1	4086.08	25.94	0.0009
C:Tp	5073.32	1	5073.32	32.21	0.0005
D: tp	3.12493	1	3.12493	0.02	0.8915
AA	1374.87	1	1374.87	8.73	0.0183
AB	1110.55	1	1110.55	7.05	0.0290
AC	1310.72	1	1310.72	8.32	0.0204
AD	291.311	1	291.311	1.85	0.2110
BB	2960.86	1	2960.86	18.80	0.0025
BC	722	1	722	4.58	0.0647
BD	58.9132	1	58.9132	0.37	0.5578
CC	50.4297	1	50.4297	0.32	0.5870
CD	359.12	1	359.12	2.28	0.1695
DD	18.3426	1	18.3426	0.12	0.7417
Error total	1260.24	8	157.530000		

La tendencia general es obtener los valores más bajos tanto de WA como de TS a condiciones de pretratamiento que involucren bajas temperaturas y tiempos largos, en cuanto al prensado lo mejor son temperaturas altas. Los resultados en cuanto al

prensado coinciden con los más recientemente publicados en la literatura⁴⁰ para coníferas.

Tanto para el TS como para la WA hay dos interacciones de importancia estadística AB y AC.

Se observa (Figura 11 y Figura 12) que a temperaturas altas de prensado se logra un mínimo en el TS y en la WA dependiendo de la temperatura utilizada en el pretratamiento. Además la influencia de Tr disminuye notablemente en la medida que la Tp se incrementa. Esto se debe probablemente a que cuanto menor es la severidad del pretratamiento, la lignina necesita mayor temperatura de prensado para fluir y formar enlaces adhesivos estables.

Tanto para el TS como para la WA se observa (Figura 11 y Figura 12) que la temperatura de pretratamiento tiene un efecto mucho más marcado en tratamientos cortos que en largos, nuevamente este tipo de comportamiento tiene probablemente su explicación en las limitaciones en la transferencia de calor y masa.

El ajuste de ambos modelos a los valores experimentales es bastante bueno como se puede ver en los gráficos respectivos de la Figura 11 y la Figura 12. Las ecuaciones de los modelos ajustados son las siguientes:

$$\begin{aligned}
 TS = & 6718.07 - 44.0751 \times Tr - 365.36 \times tr - 11.7813 \times Tp - 1.0519 \times tp + \\
 & 0.0726371 \times Tr^2 + 1.26614 \times Tr \times tr + .0436111 \times Tr \times Tp - .0710425 \times Tr \times tp + \\
 & 6.74676 \times tr^2 + 0.271111 \times tr \times Tp + 0.91371 \times tr \times tp + 6.42726 \times 10^{-4} \times Tp^2 + \\
 & 0.074 \times Tp \times tp + 0.0153601 \times tp^2
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 WA = & 5665.46 - 38.1013 \times Tr - 323.69 \times tr - 8.7954 \times Tp + 24.4572 \times tp + \\
 & 0.0645964 \times Tr^2 + 1.01704 \times Tr \times tr + 0.0355556 \times Tr \times Tp - 0.156268 \times Tr \times tp + \\
 & 6.06713 \times tr^2 + 0.211111 \times tr \times Tp + 0.562188 \times tr \times tp - 1.9597 \times 10^{-3} \times Tp^2 + \\
 & 0.0446667 \times Tp \times tp - 0.042978 \times tp^2
 \end{aligned}$$

Diagrama de Pareto Estandarizado para el TS

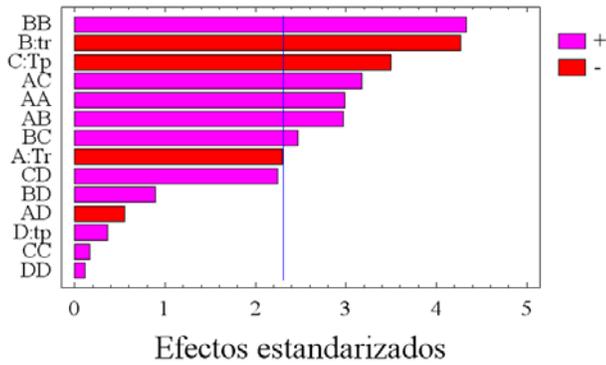


Gráfico de Efectos Principales para el TS

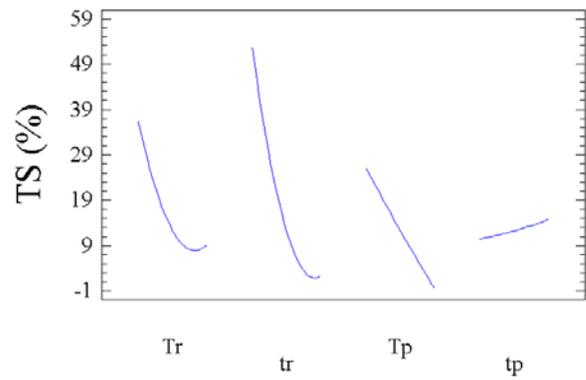
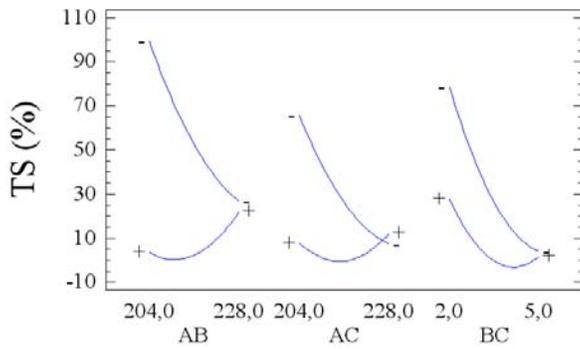
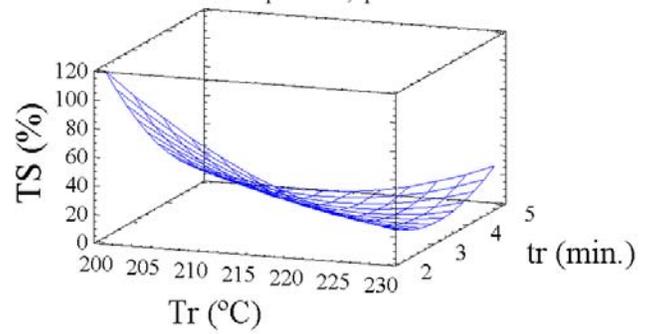


Gráfico de Interacción para el TS



Superficie de Respuesta Estimada

$T_p=180^{\circ}\text{C}$, $t_p=10$ min.



Superficie de Respuesta Estimada

$T_r=216^{\circ}\text{C}$, $t_r=3.5$ min.

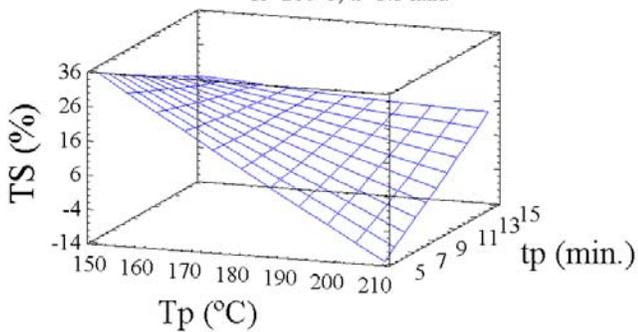


Gráfico de TS

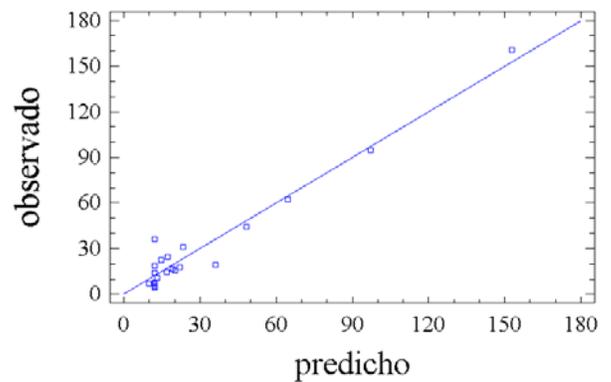


Figura 11. Gráficos para el análisis del TS: optimización inicial

Diagrama de Pareto Estandarizado para la WA

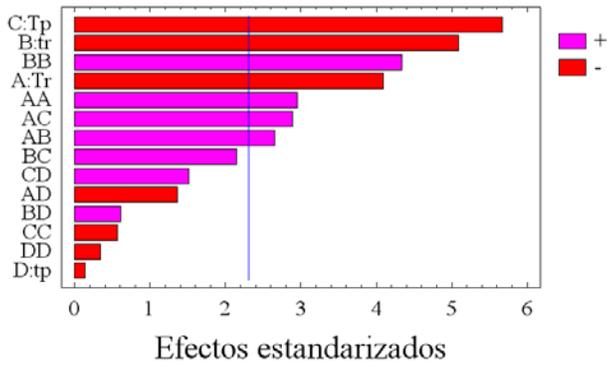


Gráfico de Efectos Principales para la WA

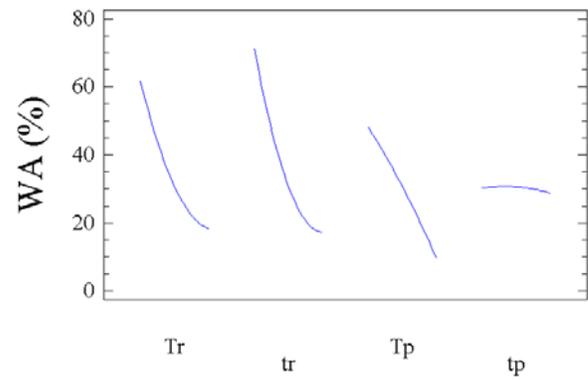
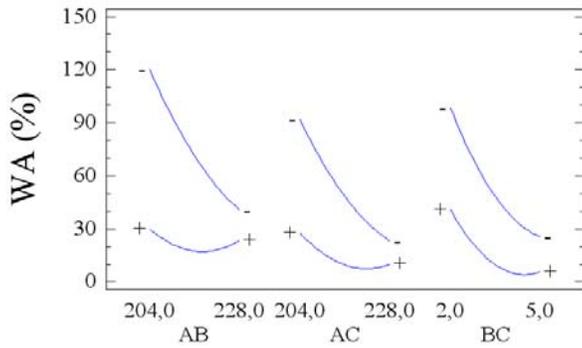
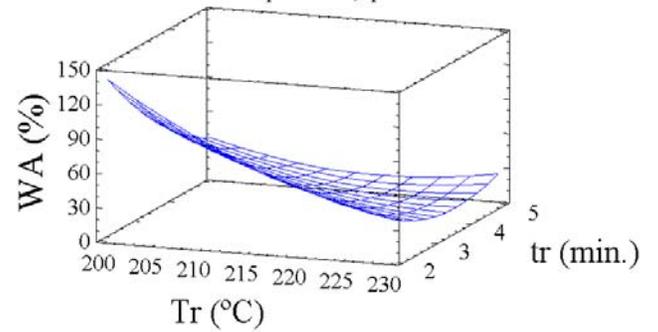


Gráfico de Interacción para la WA



Superficie de Respuesta Estimada

Tr=180 °C, tp=10 min.



Superficie de Respuesta Estimada

Tr=216 °C, tp=3.5 min.

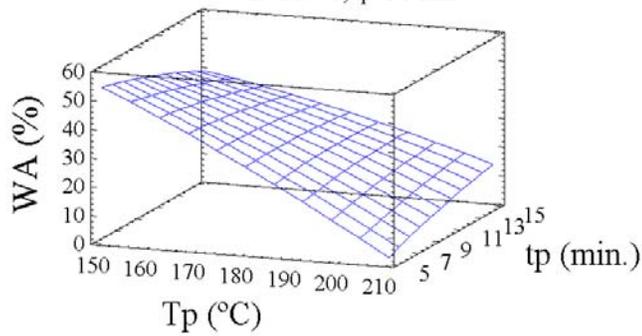


Gráfico de WA

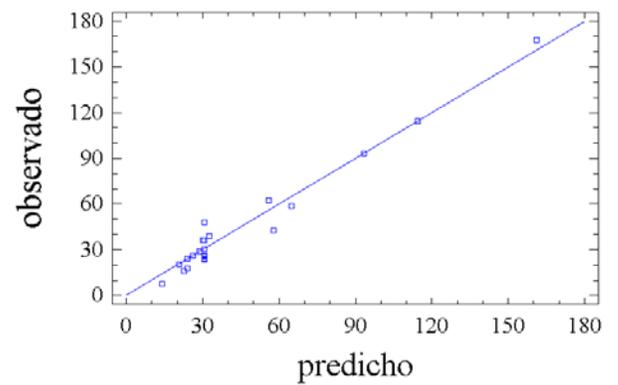


Figura 12. Gráficos para el análisis de la WA: optimización inicial

Es de interés obtener los menores valores posibles de ambas propiedades, para esto buscamos el valor óptimo en la región de trabajo:

	<i>Tr</i> (°C)	<i>tr</i> (min.)	<i>Tr</i> (°C)	<i>tp</i> (min.)	Valor óptimo
TS	197.8	6.0	228.3	1.6	-88.6(%)
WA	200.8	6.0	230.5	1.6	-63.3(%)

Tabla IX. Resultados del diseño de experimentos para las propiedades químicas

Tr: temperatura del pretratamiento; tr: tiempo del pretratamiento; log(Ro): severidad del pretratamiento; Cen: cenizas; Lig: lignina; Cel: celulosa; Hemi: hemicelulosas; C/L: proporción de celulosa a lignina; En gris: repeticiones

Ensayo	FACTORES			VARIABLES DE RESPUESTA							
	Tr (°C)	tr (min)	log (Ro)	Cen (%)	Lig (%)	Cel (%)	Hemi (%)	C/L (%)	MOR (MPa)	TS(%)	IB (MPa)
Original	N/A	N/A	N/A	0,68	19,9	42,6	21,1	2,1	N/A	N/A	N/A
1	228,0	5,0	4,5	0,83	30,8	64,9	0,0	2,1	15,0	22,4	2,9
2	204,0	5,0	3,8	0,66	27,8	60,3	7,3	2,2	37,1	31,0	1,3
3	216,0	3,5	4,0	0,90	30,0	62,0	1,3	2,1	48,2	14,6	1,2
4	228,0	2,0	4,1	1,23	29,1	62,2	1,3	2,1	36,1	15,7	1,2
5	236,2	3,5	4,6	0,77	31,8	64,0	0,0	2,0	8,4	16,8	2,6
6	204,0	2,0	3,4	1,03	25,9	52,2	12,6	2,0	15,9	44,1	0,7
7	216,0	3,5	4,0	1,25	28,6	61,6	3,1	2,2	29,0	3,5	1,8
8	216,0	3,5	4,0	0,83	28,5	63,9	4,1	2,2	29,0	19,6	2,0
9	216,0	3,5	4,0	0,82	28,8	61,3	1,9	2,1	39,9	6,0	1,4
10	216,0	3,5	4,0	0,83	28,7	62,8	4,1	2,2	38,5	5,0	1,2
11	216,0	3,5	4,0	1,06	29,7	62,8	2,2	2,1	47,2	13,8	1,2
12	216,0	3,5	4,0	1,58	28,0	62,7	4,2	2,2	37,9	7,4	1,2
13	216,0	3,5	4,0	1,20	28,0	63,8	3,7	2,3	33,4	36,3	2,0
16	216,0	1,0	3,4	1,24	24,5	50,1	16,4	2,0	18,5	95,0	0,3
22	195,8	3,5	3,4	1,14	24,7	48,2	17,2	2,0	8,1	18,8	0,2
23	216,0	6,0	4,2	0,92	30,4	62,9	0,0	2,1	44,8	62,2	1,2

Los valores óptimos de los factores analizados coinciden bastante bien con los obtenidos para el MOR y el MOE. De nuevo el tiempo de pretratamiento y la temperatura de prensado arrojan valores óptimos muy cercanos a los extremos de la región de trabajo. A esto se debe que el modelo prediga unos valores óptimos negativos, pues en los extremos la predicción no es tan buena. Estos dos factores se deberán explorar en un futuro en una región de trabajo cuyo centro este cercano a los valores óptimos encontrados.

4.1.3 Variables de respuesta químicas

Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla IX. Las composiciones están expresadas como porcentaje peso del material tratado seco (ODB). Se incluye en dicha tabla el factor de severidad y la composición del material original para referencia. Para cada una de las variables de respuesta se ha llevado cabo un análisis de variancia. Todas las pruebas de hipótesis se han realizado a un nivel de confianza del 95%.

4.1.3.1 Cenizas (Cen)

El ANOVA para las cenizas se muestra en la Tabla X. Se observa claramente que ninguno de los factores es estadísticamente significativo por lo cual el modelo ajustado apenas da una R^2 de 24.9%. Esto simplemente quiere decir que el pretratamiento del *M. sinensis* no tiene influencia sobre la cantidad de cenizas del material resultante. Esto se debe, en parte, al bajo contenido de cenizas del material original. Este bajo contenido, a su vez, probablemente se deba a la limpieza previa que se le hace al material antes de pretratarlo.

Tabla X. Análisis de variancia para las cenizas

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: Tr	6.61E-03	1	6.61E-03	0.10	0.7572
B: tr	0.177769	1	0.177769	2.71	0.1304
AA	0.0328127	1	0.0328127	0.50	0.4952
AB	2.25E-04	1	2.25E-04	0.00	0.9544
BB	3.00E-04	1	3.00E-04	0.00	0.9474
Error total	0.654792	10	0.065479		
Total (corr.)	0.872244	15			

4.1.3.2 Celulosa (Cel), Lignina (Lig) y Hemicelulosas (Hemi)

Estas variables de respuesta se analizaran en conjunto, ya que están íntimamente relacionadas. Los ANOVAS se muestran en la Tabla XI, Tabla XII y Tabla XIII para la celulosa, la lignina y las hemicelulosas respectivamente. Los gráficos para los respectivos análisis en la Figura 13, Figura 14 y Figura 15. Ambas variables son estadísticamente significativas para todas las variables de respuesta obteniéndose una R^2 de 95.1% y una SDR de 1.4 % para la celulosa, una R^2 de 89.8% y una SDR de 0.8 % para la lignina y por último para las hemicelulosas una R^2 de 91.3% y una SDR de 2.0 %

Tabla XI. Análisis de variancia para la celulosa

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: Tr	175.559	1	175.559	87.43	0.0000
B: tr	108.058	1	108.058	53.82	0.0000
AA	59.9138	1	59.9138	29.84	0.0003
AB	7.29	1	7.29	3.63	0.0859
BB	51.9441	1	51.9441	25.87	0.0005
Error total	20.0795	10	2.007950		
Total (corr.)	410.279	15			

Estos resultados muestran un incremento en la celulosa y de la lignina con la severidad del pretratamiento, en la medida que la cantidad de hemicelulosas disminuye. Esto no quiere decir que se generen celulosa o lignina sino que la distribución de componentes en el *M. sinensis* pretratado cambia debido a la enorme pérdida de hemicelulosas a altas severidades. Estos resultados coinciden con los resultados obtenidos por otros investigadores²⁶ para la paja de trigo.

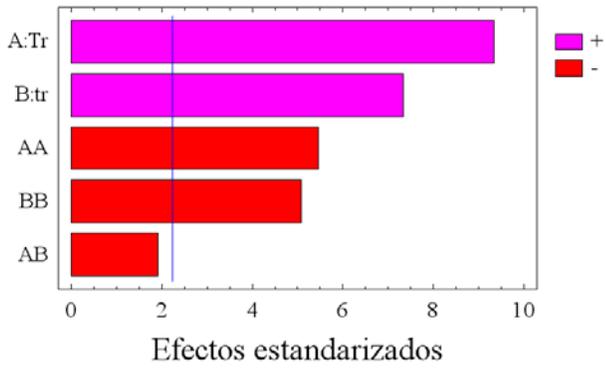
Tabla XII. Análisis de variancia para la lignina

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: Tr	34,0825	1	34,0825	53,51	0,0000
B: tr	18,8848	1	18,8848	29,65	0,0003
AA	0,328995	1	0,328995	0,52	0,4888
AB	0,01	1	0,01	0,02	0,9028
BB	2,65622	1	2,65622	4,17	0,0684
Error total	6,36925	10	0,636925		
Total (corr.)	410,279	15			

Tabla XIII. Análisis de variancia para las hemicelulosas

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: Tr	233.916	1	233.916	57.36	0.0000
B: tr	120.503	1	120.503	29.55	0.0003
AA	42.7804	1	42.7804	10.49	0.0089
AB	4	1	4	0.98	0.3453
BB	36.0887	1	36.0887	8.85	0.0139
Error total	40.7776	10	4.077760		
Total (corr.)	469.217	15			

Diagrama de Pareto Estandarizado para Celulosa



Efectos principales para la Celulosa

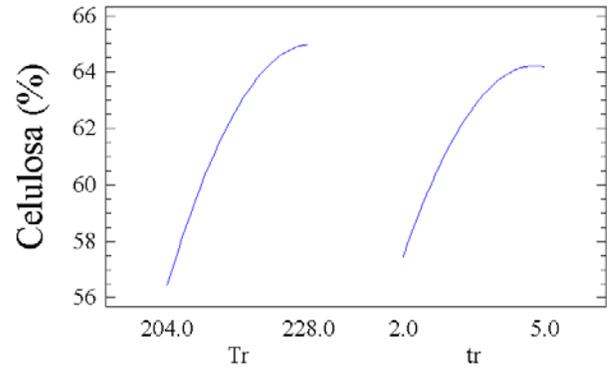
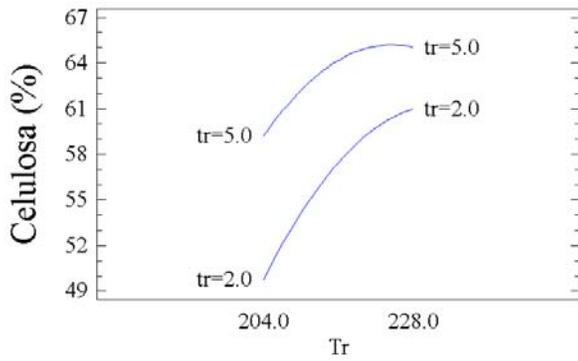


Gráfico de Interacción para la Celulosa



Superficie de Respuesta Estimada

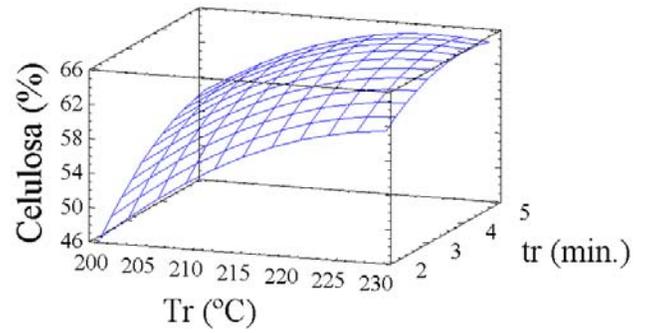


Gráfico de Celulosa

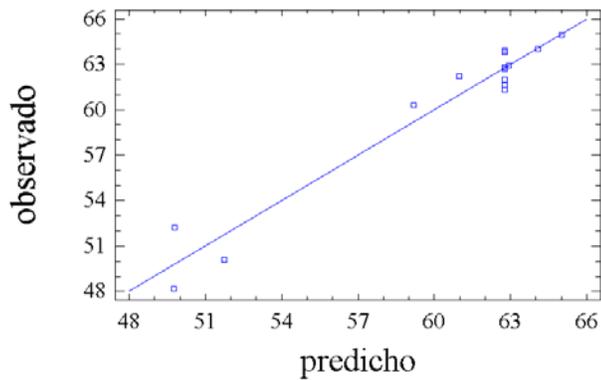


Figura 13. Gráficos para el análisis de la celulosa

Diagrama de Pareto Estandarizado para Lignina

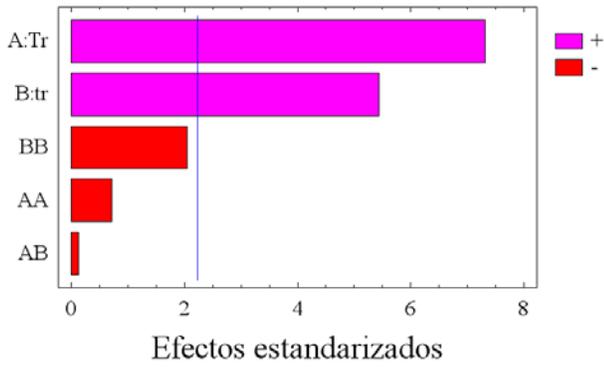


Gráfico de Efectos Principales Lignina

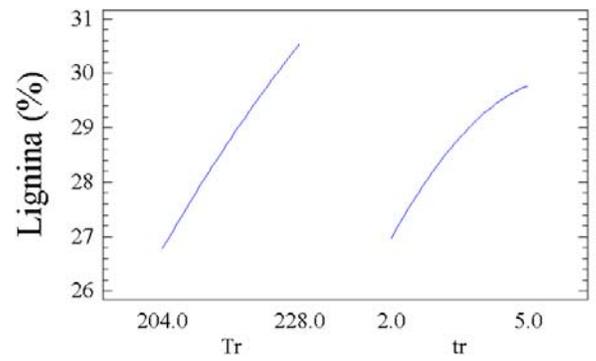
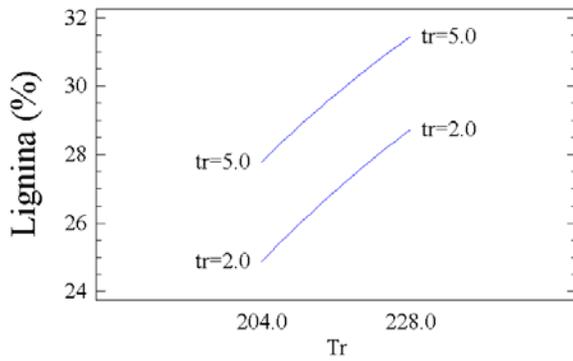


Gráfico de Interacción para Lignina



Superficie de Respuesta Estimada

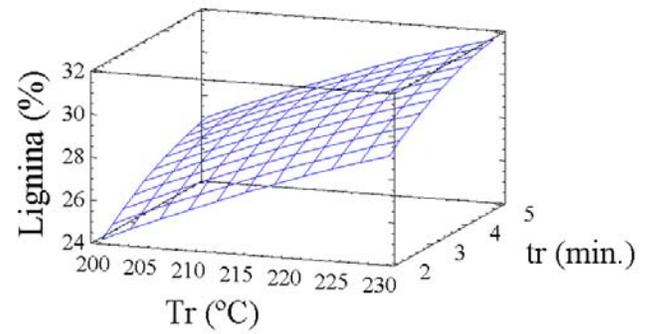


Gráfico de Lignina

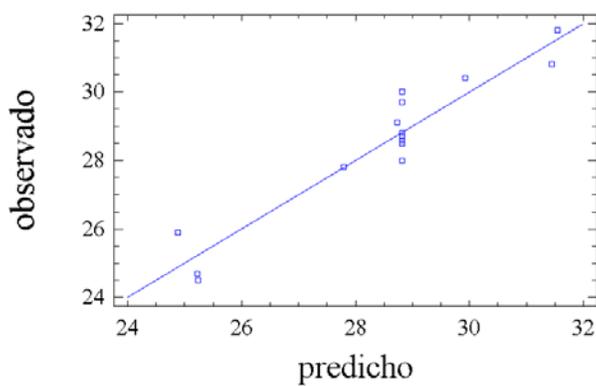


Figura 14. Gráficos para el análisis de la lignina

Diagrama de Pareto Estandarizado para Hemicelulosas

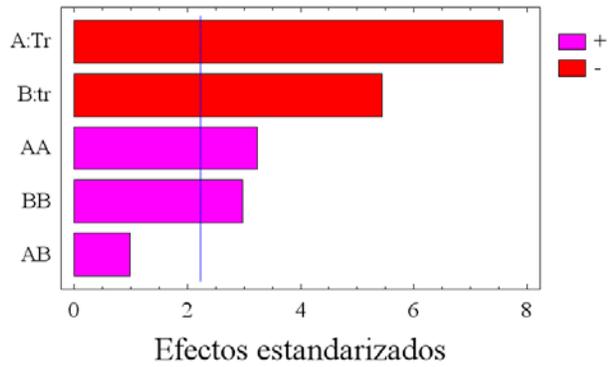


Gráfico de Efectos Principales para Hemicelulosas

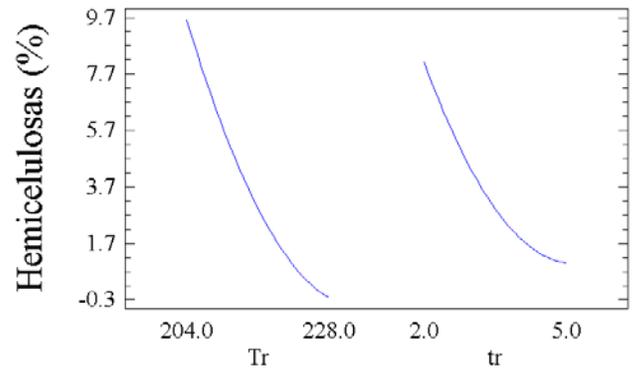
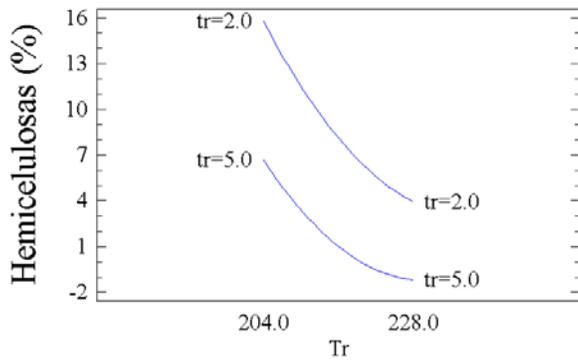


Gráfico de Interacción para Hemicelulosas



Superficie de Respuesta Estimada

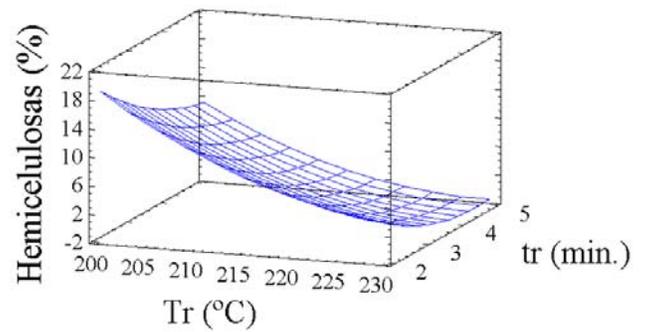


Gráfico de Hemicelulosas

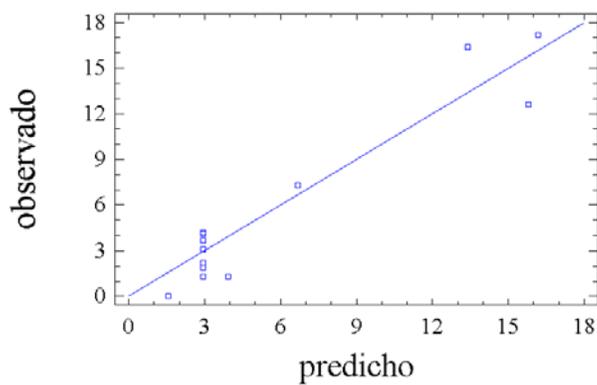


Figura 15. Gráficos para el análisis de las hemicelulosas

Se observa una gran similitud en los gráficos obtenidos para la lignina y la celulosa, aunque la lignina muestra un comportamiento más plano lo cual tiene como explicación que los efectos cuadráticos no son significativos. El significado físico podría ser la mayor sensibilidad de la celulosa al tratamiento, ya que la lignina es más estable.

Para todas estas variables la interacción entre el tiempo y la temperatura no es importante. Esto es cinéticamente correcto, pues indica que en un modelo dado el producto de las dos variables no aparece directamente.

En el caso de las hemicelulosas también se observa una disminución asintótica similar, aunque opuesta a la de la celulosa. Se ha conseguido en varios casos eliminar por completo las hemicelulosas mediante el pretratamiento.

En los resultados reportados en la bibliografía^{26, 27} habitualmente los porcentajes de los compuestos están referidos al material original seco y no al material pretratado seco. Naturalmente si se refieren al material original los porcentajes de lignina y celulosa tenderán a ser constantes o a disminuir levemente en la medida que la severidad del pretratamiento se incrementa.

En este caso interesa conocer la calidad del material con el cual se harán los tableros, por lo tanto todos los porcentajes se han referido al material pretratado seco. Como se mostrará más adelante la composición real del material de partida tiene una marcada influencia en las propiedades del tablero.

4.1.3.3 Proporción de celulosa a lignina (C/L)

Acerca de esta variable se desea hacer hincapié en que prácticamente permanece constante, a pesar del pretratamiento. Esto quizá quiera decir que la degradación de la celulosa y lignina que pueda ocurrir a altas severidades, ocurre por igual dentro

de los límites estudiados. También como se verá posteriormente lo importante no es que dicha relación permanezca constante sino que haya un incremento neto en cada uno de estos compuestos.

4.1.4 Análisis de las relaciones existentes entre las diferentes variables de respuesta

Se muestran algunas posibles relaciones entre las variables de respuesta. Se debe ser cuidadoso en la interpretación ya que las condiciones de prensado no se han mantenido constantes.

4.1.4.1 Densidad y propiedades fisicomecánicas

Se ha mencionado mucho en la bibliografía la relación entre la densidad y las propiedades fisicomecánicas^{28, 29, 35, 66, 67}. En el presente estudio se han obtenido una gama bastante amplia de densidades desde 918 hasta 1204 kg/m³ ya que se ha trabajado con una masa constante de *M. sinensis* pretratado la cual se ha prensado a una presión constante. Los gráficos respectivos de propiedad fisicomecánica contra densidad se presentan en la Figura 16. Los coeficientes de determinación R² son los siguientes:

- MOE – 0.4613
- MOR – 0.5011
- TS – 0.5840
- WA – 0.5736
- IB – 0.2454

Como se ve existe unas correlaciones, aunque no muy claras, con la mayoría de las propiedades, tal vez la excepción sea el enlace interno. Es recomendable por lo tanto bloquear el efecto de la densidad al hacer los análisis de variancia.

4.1.4.2 Composición química y propiedades mecánicas

Algunos autores^{22, 27, 32} han relacionado la resistencia al agua con la hidrólisis parcial de hemicelulosas, si esto fuera cierto debería existir una correlación muy clara entre la cantidad de hemicelulosas y la estabilidad dimensional. Los gráficos de la WA y el TS contra cantidad de hemicelulosas se muestran en la Figura 17.

Se ha dicho también que las propiedades mecánicas del tablero están íntimamente relacionadas con la lignina y la celulosa. La lignina como adhesivo y la celulosa como material estructural. Para verificar estas correlaciones se construyen los gráficos de algunas propiedades mecánicas contra el porcentaje de lignina y de celulosa del material pretratado, dichos gráficos se muestran también en la Figura 17.

Como se puede observar la correlación entre el hinchamiento en espesor y la absorción de agua con la cantidad de hemicelulosas es bastante buena ($R^2=0.7381$ y $R^2=0.8023$ respectivamente). Esto apoya fuertemente la hipótesis de que la hidrólisis de las hemicelulosas mejora la resistencia de los tableros al agua.

La correlación entre el enlace interno y el contenido de lignina es notable ($R^2=0.5856$), esto confirma la idea de que la lignina funciona como adhesivo entre fibras contribuyendo de manera importante al enlace ínter – fibra. En cuanto al MOR ($R^2=0.5598$) la correlación parece más forzada.

El comportamiento del IB y el MOR con la celulosa ($R^2=0.6148$ y $R^2=0.5269$) es muy similar al de la lignina.

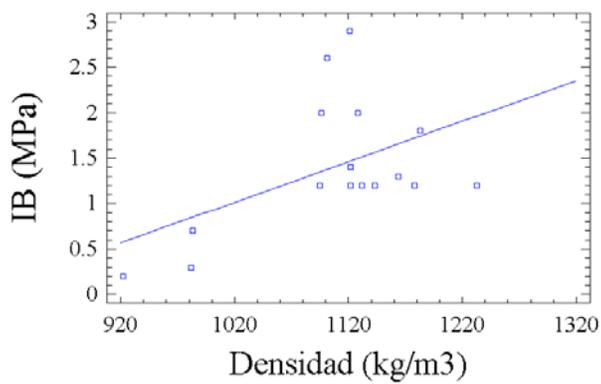
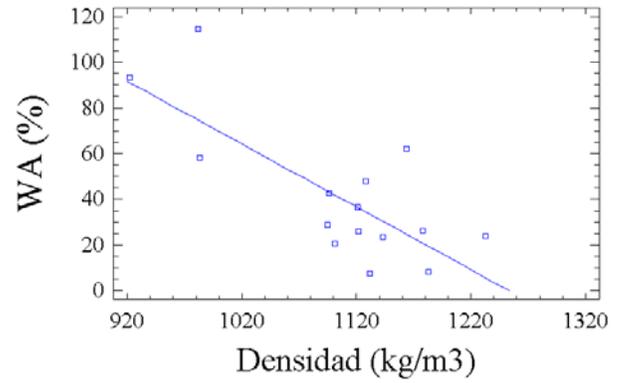
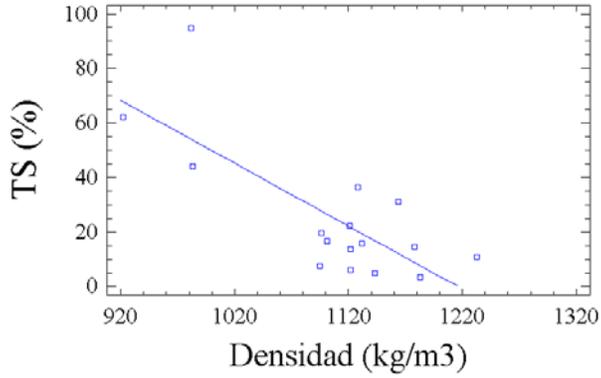
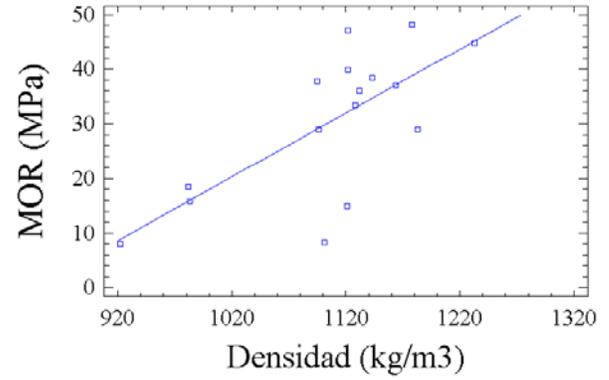
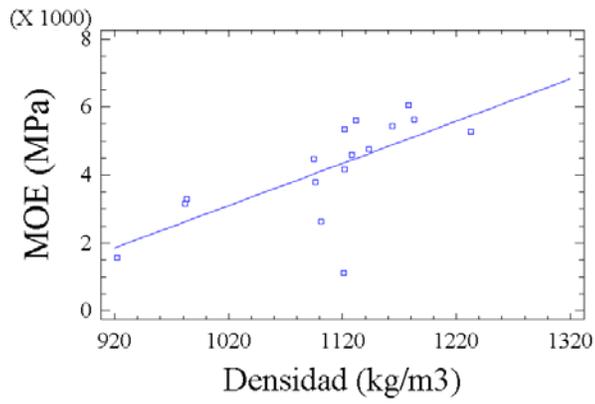


Figura 16. Gráficos de correlación entre propiedades fisicomecánicas y densidad

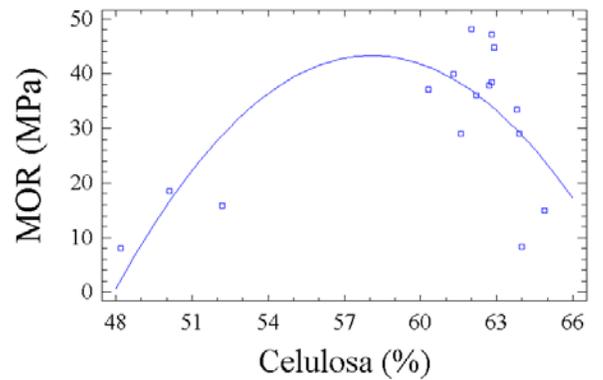
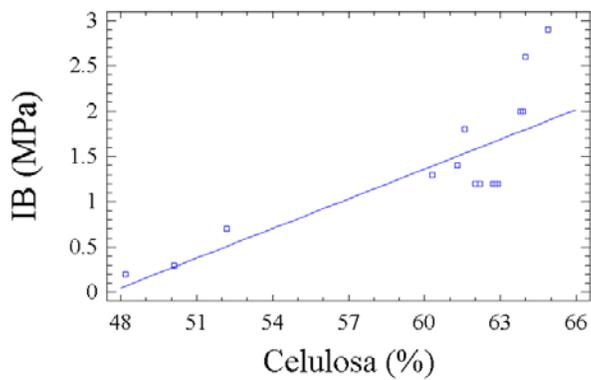
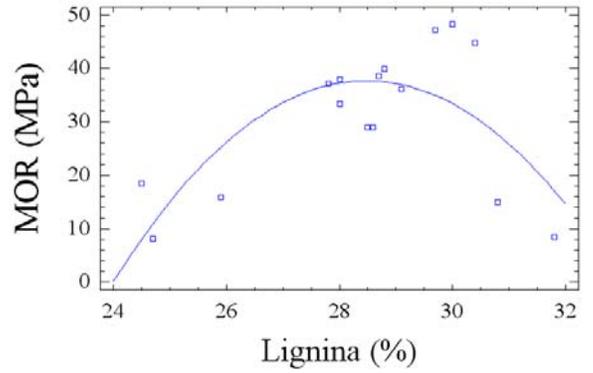
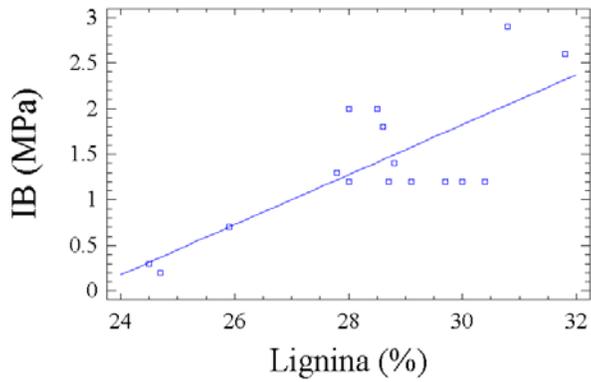
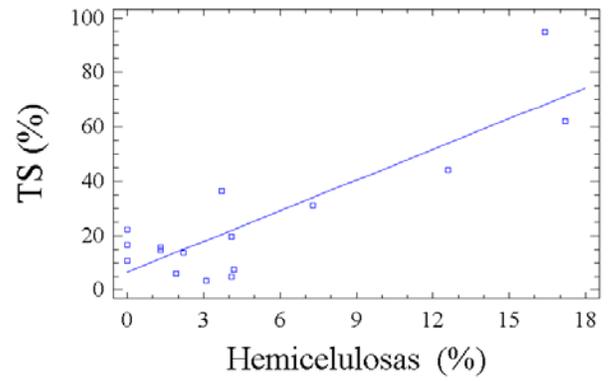
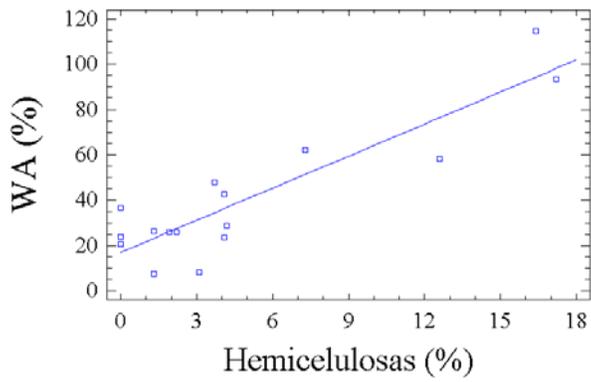


Figura 17. Gráficos de correlación entre composición química y propiedades fisicomecánicas

4.2 Efecto de la molienda

Para analizar el efecto de la molienda se utiliza pulpa pretratada a 216°C durante 3.5 minutos. Las condiciones de prensado utilizadas son 180°C, 10 minutos y 12 MPa. Se utiliza el método de prensado en tres etapas con una inicial de 5 minutos y la intermedia de 1 minuto. Inicialmente se presentan los resultados del diseño de experimentos y posteriormente se analizan las fotografías y microfotografías electrónicas de barrido de las pulpas.

4.2.1 Elección de los factores, las variables de respuesta y el diseño experimental

En este caso existe un solo factor: la molienda. Los niveles de este factor son dos, molido y no molido. Las variables de respuesta son las mismas fisicomecánicas analizadas en el apartado anterior.

Se hacen 7 repeticiones para cada uno de los niveles y el tipo de diseño es un análisis de variancia con un solo factor.

4.2.2 Análisis de variancia

Los resultados de los experimentos se muestran en la Tabla XIV. Para cada una de las variables de respuesta se realiza un análisis de variancia. Todas las pruebas de hipótesis se realizan al 95% de nivel de confianza. La hipótesis nula es que el proceso de molienda no tiene ningún efecto sobre las propiedades fisicomecánicas de los tableros. Para cada propiedad se muestra la tabla del análisis de variancia así como un gráfico explicativo, dicho gráfico muestra el valor promedio de la propiedad para cada nivel de molienda. Los intervalos mostrados en las gráficas se basan en el procedimiento de la diferencia mínima significativa (LSD) de Fisher⁶⁹. Estos se construyen de tal manera que si dos promedios son estadísticamente iguales, sus intervalos se solapan el 95% de las veces. Cualquier par de intervalos

que no se solapan verticalmente corresponden a un par de promedios los cuales tienen una diferencia estadísticamente significativa. Dichos gráficos explicativos se muestran en conjunto en la Figura 18.

4.2.2.1 Efectos sobre la densidad

En la tabla del análisis de variancia (Tabla XV) se puede observar que la densidad de los tableros se ve afectada por la molienda.

La figura respectiva (Figura 18) confirma esta apreciación y además indica que el material molido da lugar a tableros de más baja densidad.

Tabla XIV. Resultados de los experimentos para analizar el efecto de la molienda

ρ : densidad; MOE: módulo de elasticidad; MOR: módulo de resistencia; TS: hinchamiento en espesor; WA: absorción de agua; IB: enlace interno.

Molido	ρ (kg/m³)	MOE (MPa)	MOR (MPa)	TS (%)	WA (%)	IB (MPa)
No	1120	4170	39.9	6.0	25.9	1.4
No	1140	4750	38.5	5.0	23.6	1.2
No	1120	5340	47.2	13.8	26.1	1.2
No	1130	4600	33.4	36.3	48.1	2.0
No	1200	6010	46.1	4.3	23.9	2.2
No	1180	5430	40.5	7.0	30.3	1.4
No	1200	6070	45.1	18.8	36.3	2.4
Si	1050	3890	36.9	10.5	26.3	2.9
Si	1070	4260	43.8	12.7	21.5	2.4
Si	1070	4340	43.2	15.1	27.8	2.7
Si	990	3210	30.7	34.4	42.3	3.7
Si	1090	4990	52.0	10.7	20.4	2.1
Si	1070	6460	51.5	59.4	36.8	2.7
Si	1130	5280	56.5	14.4	25.4	2.8

Tabla XV. Análisis de variancia para la densidad: efecto de la molienda

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
Entre grupos	27457,1	1	27457,1	17,61	0,0012
Dentro grupos	18714,3	12	1559,525		
Total (corr.)	46171,4	13			

Los valores promedio son 1160 kg/m³ para los tableros provenientes del material no molido y 1070 kg/m³ para los provenientes del material molido. Los resultados muestran que la resistencia del *Miscanthus sinensis* a la compresión se incrementa de manera importante con la molienda.

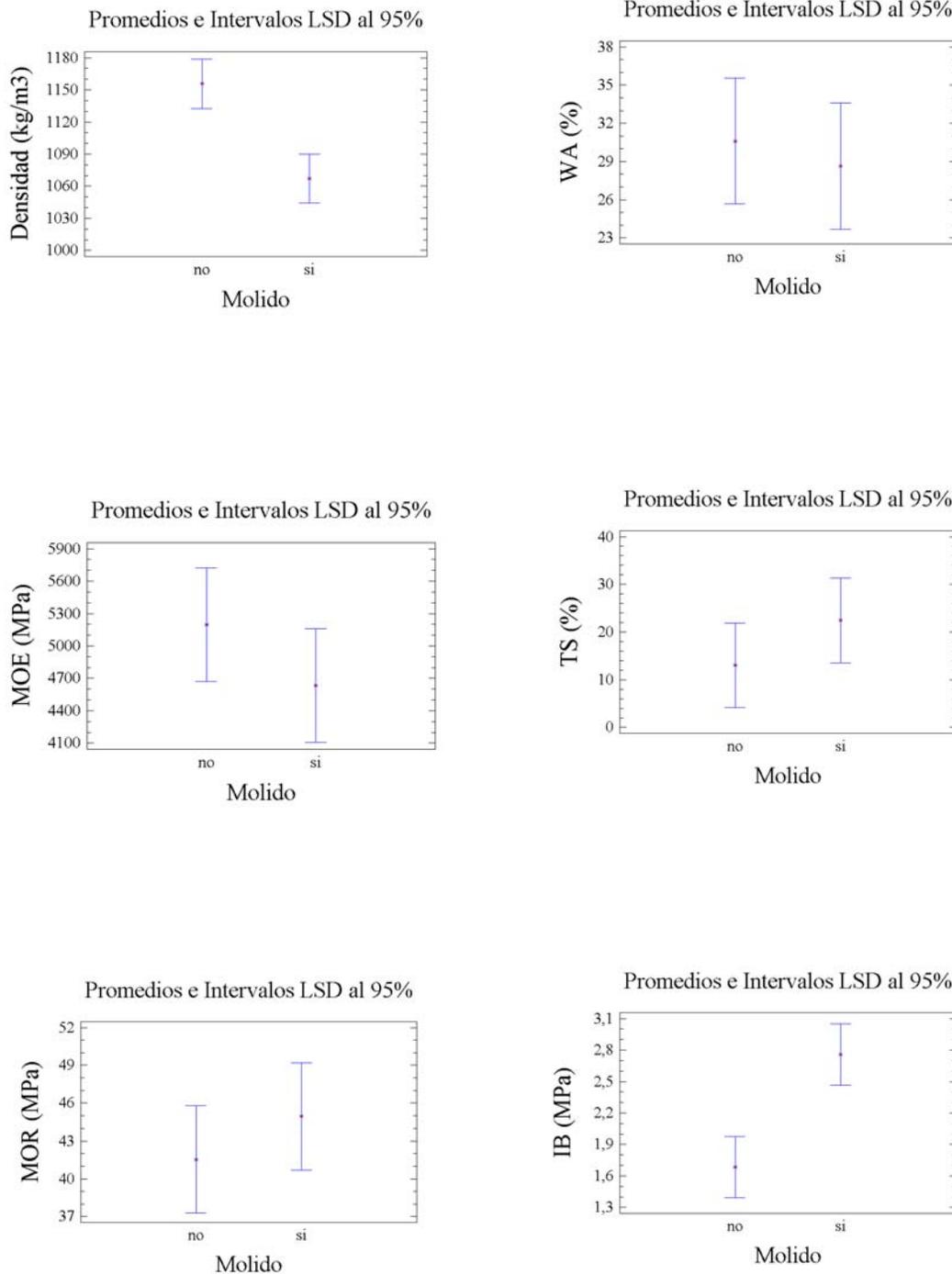


Figura 18. Promedios e Intervalos LSD al 95%: Efecto de la molienda

Ya que tanto la cantidad de material como la presión de prensado se mantienen constantes, un incremento en la resistencia a la compresión, producido quizás por la presencia de aire en la pulpa molida, lleva a una disminución en la densidad.

4.2.2.2 Efectos sobre el Módulo de Elasticidad y el Módulo de Ruptura

Las gráficas para ambas propiedades (Figura 18) muestran que los intervalos se solapan verticalmente, por lo tanto la molienda no afecta significativamente al MOR ni al MOE. Las tablas del análisis de variancia (Tabla XVI y Tabla XVII) confirman esta apreciación.

Tabla XVI. Análisis de variancia para el MOE: efecto de la molienda

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
Entre grupos	1,11E+06	1	1108830	1,36	0,2664
Dentro grupos	9,79E+06	12	816225,833		
Total (corr.)	1,09E+07	13			

Tabla XVII. Análisis de variancia para el MOR: efecto de la molienda

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
Entre grupos	40,8	1	40,8	0,76	0,4000
Dentro grupos	643,031	12	53,586		
Total (corr.)	683,831	13			

Los valores promedio para el MOE son 5200 MPa para los tableros hechos a partir de la pulpa no molida y 4630 para los provenientes del material molido. En cuanto al MOR, para el material no molido se tiene un valor promedio de 41.5 MPa y uno

de 45 MPa para el molido. Estas propiedades están muy relacionadas con la longitud de la fibra y por lo tanto su comportamiento indica que dicha longitud no se ve afectada significativamente por el proceso de molienda. Por otra parte, aunque estas propiedades habitualmente disminuyen al reducirse la densidad del tablero^{35,66} en este caso la reducción en la densidad no genera un cambio significativo, posiblemente la disminución en densidad se ve compensada por un incremento en el área de enlazado entre fibras.

4.2.2.3 Efectos sobre la Absorción de Agua y el Hinchamiento en Espesor

En las gráficas (Figura 18) se observa que los intervalos se solapan para ambas propiedades a partir de lo cual se concluye que la molienda no afecta ni la WA ni el TS. Dicha conclusión se ve confirmada al observar las tablas de análisis de variancia (Tabla XVIII y Tabla XIX).

Tabla XVIII. Análisis de variancia para la WA: efecto de la molienda

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
Entre grupos	13,4064	1	13,4064	0,19	0,6737
Dentro grupos	863,797	12	71,9831		
Total (corr.)	877,2034	13			

Tabla XIX. Análisis de variancia para el TS: efecto de la molienda

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
Entre grupos	311,143	1	311,143	1,33	0,2710
Dentro grupos	2804,71	12	233,726		
Total (corr.)	3115,853	13			

Los valores promedios para el WA son 30.6% para pulpa no molida y 28.6% para el material molido. Para el TS se tiene 13.0% para el material no molido y 22.5% para el material molido. El comportamiento observado es explicable pues la molienda no modifica la naturaleza de los enlaces formados y aunque hubiera un incremento en el área de enlace entre fibras la resistencia de dichos enlaces a la absorción de agua no se modifica.

4.2.2.4 Efectos sobre el Enlace Interno

La gráfica para la resistencia perpendicular a las caras (IB) muestra que los intervalos no se solapan (Figura 18), por lo tanto la molienda afecta significativamente el IB. Esta conclusión se puede confirmar al observar la respectiva tabla de análisis de variancia (Tabla XX).

Tabla XX. Análisis de variancia para el IB: efecto de la molienda

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
Entre grupos	4,01786	1	4,01786	16,15	0,0017
Dentro grupos	2,98571	12	0,249		
Total (corr.)	7,00357	13			

Los valores promedio son 1.7 MPa para los tableros provenientes del material no molido y 2.8 MPa para el material molido. Este cambio representa un incremento de más del 50% con respecto al valor original. Un incremento en el área de enlace incrementa el IB⁶⁸, por lo tanto la molienda incrementa claramente dicha área de enlace. El comportamiento del MOR y el MOE parecen indicar que la molienda no genera un corte en la fibra. Está claro entonces que el incremento de área de enlace no se logra por corte de las fibras sino posiblemente por la separación de fibras inmersas en paquetes.

4.2.3 Análisis fotográfico

Las microfotografías electrónicas de barrido para la pulpa sin moler y molida se muestran en la Figura 19 y en la Figura 20, respectivamente. Estas muestran claramente que el procedimiento de molienda no corta las fibras. El principal efecto del proceso es la segregación de paquetes de fibras. Esta segregación incrementa el área de enlace disponible y por lo tanto también incrementa las fuerzas de adhesión interfibrilares. Este último incremento es el responsable del incremento en el IB. Además se muestra una foto sin aumentos de ambas pulpas en la Figura 21, en ella el efecto de segregación se puede ver nítidamente.

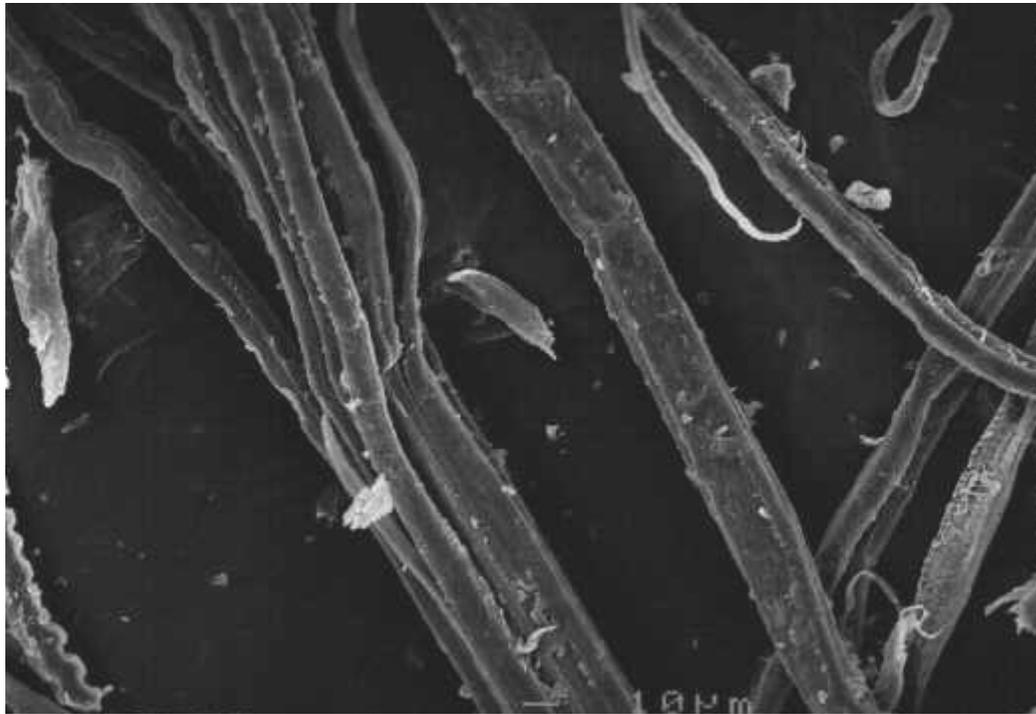


Figura 19. Microfotografía SEM de la pulpa sin moler



Figura 20. Microfotografía SEM de la pulpa molida



Figura 21. Foto de la pulpa molida y la pulpa sin moler

4.3 Optimización final

Como se desprende de los análisis de la optimización inicial, es necesario ampliar la región de trabajo para encontrar los valores del tiempo de pretratamiento y de la temperatura de prensado que optimizan las propiedades fisicomecánicas de los tableros. Adicionalmente se ha querido explorar el efecto de la presión de prensado.

4.3.1 Elección de los factores, las variables de respuesta y el diseño experimental

En este caso los factores analizados son aquellos cuyos valores óptimos se encontraron en los extremos de la región analizada en la optimización inicial, es decir el tiempo de pretratamiento y la temperatura de prensado. Adicionalmente se ha explorado como factor la presión de prensado.

Los factores que se analizan y sus respectivos niveles son:

- A: Tiempo de pretratamiento con vapor (t_r): 6 min. – 12 min.
- B: Temperatura del prensado (T_p): 205°C – 235°C

- C: Presión del prensado (P_p): 4.5MPa – 12 MPa

Las respuestas fisicomecánicas que se analizan en los tableros producidos son las mismas que en los apartados anteriores.

El diseño experimental elegido es del tipo 2^3 más estrella, ortogonal y rotatable. Consta de 23 ensayos con 9 repeticiones en el centro del espacio muestral.

El tiempo final de prensado y la temperatura de pretratamiento se mantienen constantes en los valores de 2 minutos y 203°C, respectivamente. Estos valores son los óptimos hallados en el apartado de optimización inicial. Es importante anotar que el material se ha molido antes de prensarlo.

Para cada una de las variables de respuesta se ha llevado a cabo un análisis de variancia. Todas las pruebas de hipótesis se han realizado a un nivel de confianza del 95%.

Los resultados del experimento se muestran en la Tabla XXI.

4.3.2 Densidad

El ANOVA para la densidad se muestra en la Tabla XXII y los gráficos respectivos en la Figura 22. Solo dos factores, el tiempo de pretratamiento y la presión de prensado, son significativos. La temperatura de prensado no afecta la densidad significativamente, este comportamiento coincide con el obtenido en el apartado de optimización inicial. El modelo ajustado en este caso da una R^2 de 94.5% y una SDR de 40 kg/m³. La superficie de respuesta (Figura 22) indica que un incremento en la presión de prensado incrementa significativamente la densidad. A altas densidades, la densidad sólo se ve afectada muy levemente por las variaciones en la presión de prensado ya que la densidad se encuentra muy cerca de su máximo

teórico³³. El tiempo de pretratamiento también incrementa la densidad aunque más suavemente y principalmente en la región de presiones de prensado bajas.

Tabla XXI. Resultados del diseño de experimentos de la optimización final

tr: tiempo de pretratamiento; Tp: temperatura de prensado; Pp: presión de prensado; ρ : densidad; MOE: módulo de elasticidad; MOR: módulo de resistencia; TS: hinchamiento en espesor; WA: absorción de agua; IB: enlace interno; En Gris: repeticiones.

Ensayo	FACTORES			VARIABLES DE RESPUESTA					
	tr (min)	Tp (°C)	Pp (MPa)	ρ (kg/m ³)	MOE (MPa)	MOR (MPa)	TS(%)	WA %	IB (MPa)
1	9,0	220,0	8,3	1160	4930	41,0	15,9	25,9	2,5
2	6,0	235,0	4,5	980	3610	29,0	17,9	27,7	1,7
3	9,0	220,0	8,3	1260	7280	57,0	11,3	16,4	2,5
4	4,0	220,0	8,3	1110	4350	38,0	27,9	39,4	1,6
5	9,0	245,2	8,3	1260	6410	45,0	8,0	9,1	4,1
6	9,0	220,0	8,3	1270	6740	55,0	8,2	12,8	3,8
7	9,0	220,0	8,3	1270	6780	56,0	5,6	11,7	3,6
8	12,0	235,0	4,5	1030	4040	29,0	13,1	16,0	1,9
9	12,0	205,0	4,5	1030	3490	25,0	30,0	46,3	1,3
10	12,0	235,0	12,0	1320	6150	50,0	4,1	8,9	1,5
11	9,0	220,0	8,3	1240	6860	56,0	8,8	14,9	3,2
12	9,0	220,0	8,3	1250	7250	49,0	4,2	13,2	2,7
13	9,0	220,0	14,6	1300	6780	52,0	5,8	17,8	1,1
14	9,0	220,0	8,3	1200	5920	50,0	11,5	17,3	3,0
15	14,0	220,0	8,3	1260	5940	39,0	4,3	9,6	2,2
16	12,0	205,0	12,0	1220	6330	40,0	3,5	12,5	1,4
17	9,0	220,0	8,3	1200	5500	43,0	8,5	23,6	2,2
18	9,0	220,0	8,3	1240	6550	54,0	5,9	15,1	3,4
19	9,0	220,0	1,9	810	1610	12,0	17,1	28,4	0,8
20	6,0	205,0	4,5	970	2650	19,0	29,5	47,5	0,9
21	9,0	194,8	8,3	1270	6600	61,0	8,9	23,0	3,8
22	6,0	235,0	12,0	1250	7630	43,0	2,5	12,4	0,9
23	6,0	205,0	12,0	1300	6230	56,0	4,0	17,6	1,3

Diagrama de Pareto Estandarizado para la Densidad

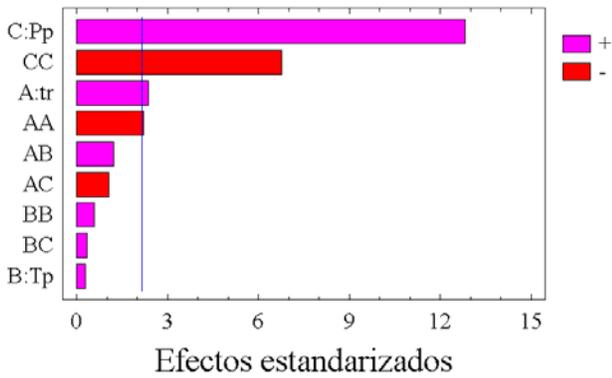


Gráfico de Efectos Principales para la Densidad

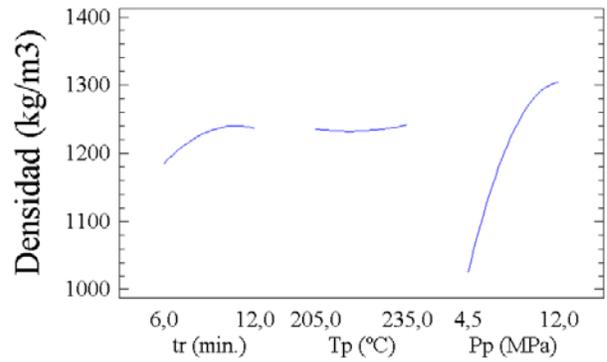
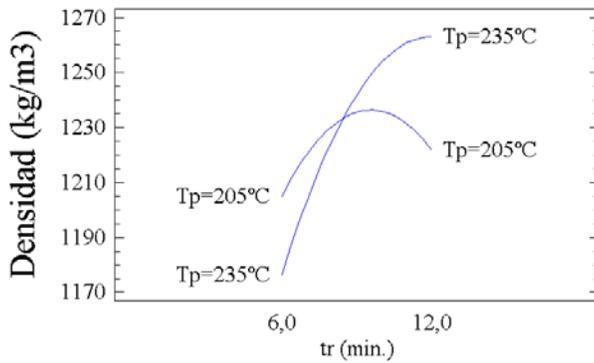
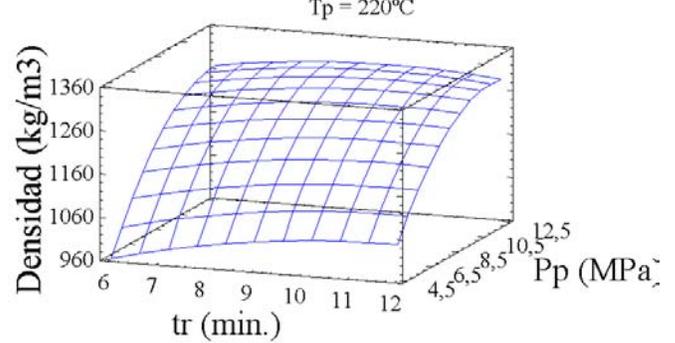


Gráfico de Interacción para la Densidad



Superficie de Respuesta Estimada



Superficie de Respuesta Estimada

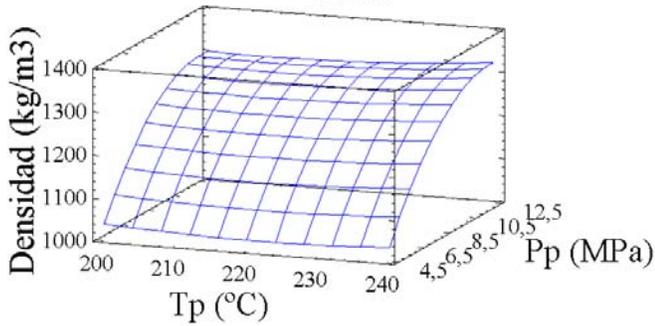


Gráfico de Densidad

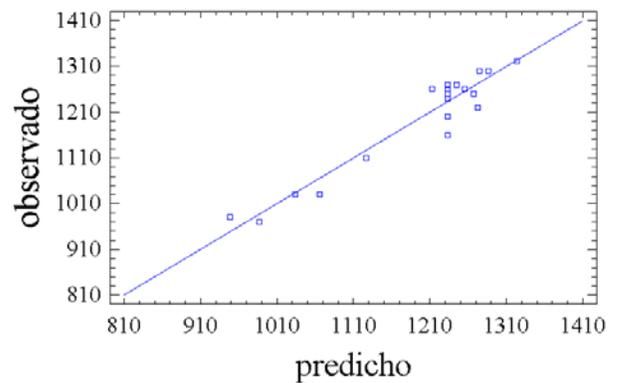


Figura 22. Gráficos para el análisis de la densidad: optimización final

Tabla XXII. Análisis de variancia para la densidad: optimización final

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: tr	9086,59	1	9086,59	5,62	0,0339
B: Tp	136,538	1	136,538	0,08	0,7760
C:Pp	265472	1	265472	164,08	0,0000
AA	7891,22	1	7891,22	4,88	0,0458
AB	2450	1	2450	1,51	0,2403
AC	1800	1	1800	1,11	0,3107
BB	571,816	1	571,816	0,35	0,5624
BC	200	1	200	0,12	0,7308
CC	74007,8	1	74007,8	45,74	0,0000
Error total	21032,8	13	1617,907692		
Total (corr.)	382443	22			

En la Figura 22 se muestra una interacción de interés aunque no alcanza a ser estadísticamente significativa. Se observa que el efecto sobre la densidad del tiempo de pretratamiento es diferente a altas y a bajas temperaturas. Parece que a un material tratado severamente le favorece un prensado a alta temperatura.

La correlación entre los valores observados y los predichos es muy buena, tal como se observa en el gráfico respectivo. El modelo ajustado es el siguiente:

$$Densidad = 2394.19 - 21.387 \times tr - 15.7537 \times Tp + 109.701 \times Pp - 2.47614 \times tr^2 + 0.388889 \times tr \times Tp - 1.33333 \times tr \times Pp + 0.0266618 \times Tp^2 + 0.0888889 \times Tp \times Pp - 4.85316 \times Pp^2$$

A partir de este modelo se pueden obtener los valores de los factores que arrojan una densidad máxima. Para la temperatura el valor óptimo es el mayor trabajo,

aunque se recuerda que dicha variable no es estadísticamente importante. Para el tiempo se halla un valor de 11.7 min. y para la presión de prensado el valor es de 12 MPa.

4.3.3 Propiedades mecánicas (MOR, MOE, IB)

Las tablas de análisis de variancia para el MOR y para el MOE se muestran en la Tabla XXIII y en la Tabla XXIV, respectivamente. Los gráficos para los análisis correspondientes se presentan en la Figura 23 y en la Figura 24. El modelo ajustado para el MOR da una R^2 de 85.1% y una SDR de 7 MPa. En este caso, sólo dos variables aparecen como significativas: la presión de prensado y el tiempo de pretratamiento. La temperatura de prensado probablemente tenga una influencia limitada debido al alto intervalo elegido (195-245°C), pues en la optimización inicial su influencia si era significativa. El objetivo de la temperatura de prensado es fundamentalmente hacer fluir la lignina, de tal manera que al bajar la temperatura esté bien distribuida y cumpla a cabalidad su función de adhesivo. La diferencia en la calidad de la distribución de la lignina dentro del intervalo de temperaturas de prensado elegido debe ser, por lo tanto, muy pequeña. La superficie de respuesta (Figura 23) muestra un máximo para el MOR de 61.2 MPa. El incremento en el MOR en la medida que se incrementa la presión de prensado de los tableros ya había sido observado en tableros de médula de bagazo³³. Esta conducta se atribuye a la estructura morfológica de la médula, la cual consiste principalmente en células parenquimáticas. En el caso del *M. sinensis*, éste también tiene una proporción considerable de médula y esta podría ser la responsable de la conducta observada en los tableros.

Tabla XXIII. Análisis de variancia para el MOR: optimización final

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: tr	0,127195	1	0,127195	0,00	0,9579
B: Tp	18,532	1	18,532	0,42	0,5270
C:Pp	1742,69	1	1742,69	39,74	0,0000
AA	457,359	1	457,359	10,43	0,0066
AB	36,125	1	36,125	0,82	0,3806
AC	28,125	1	28,125	0,64	0,4376
BB	0,904173	1	0,904173	0,02	0,8880
BC	36,125	1	36,125	0,82	0,3806
CC	933,092	1	933,092	21,28	0,0005
Error total	570,083	13	43,8525385		
Total (corr.)	3813,65	22			

En cuanto al MOE el modelo ajustado da un R^2 de 88.0% y un SDR de 723 MPa. Los factores estadísticamente significativos son los mismos que para el MOR. Adicionalmente, los resultados del MOE muestran la misma tendencia que los del MOR. El máximo en la superficie de respuesta para el MOE es de 7500 MPa (Figura 24).

En los gráficos de interacción para ambas propiedades (Figura 23 y Figura 24) se observa que no existe ninguna interacción de importancia.

La correlación entre los valores observados y los predichos es bastante buena para ambas propiedades, tal como se observa en los gráficos respectivos (Figura 23 y Figura 24). Los modelos ajustados son los siguientes:

$$MOR = -80.2975 + 1.68404 \times tr + 0.275494 \times Tp + 21.8149 \times Pp - 0.596116 \times tr^2 + 0.0472222 \times tr \times Tp - 0.166667 \times tr \times Pp - 0.0010602 \times Tp^2 - 0.0377778 \times Tp \times Pp - 0.544939 \times Pp^2$$

$$MOE = -25429.9 + 2506.87 \times tr + 89.9114 \times Tp + 1793.73 \times Pp - 54.7368 \times tr^2 - 5.52778 \times tr \times Tp - 29.4444 \times tr \times Pp - 0.0524501 \times Tp^2 - 0.644444 \times Tp \times Pp - 58.9164 \times Pp^2$$

A partir de estos modelos se pueden obtener los valores óptimos de los factores los cuales maximizan las respuestas. Casualmente dichos valores óptimos coinciden para ambas respuestas, $tr = 7.35$ min. y $Pp = 12.1$ MPa.

Tabla XXIV. Análisis de variancia para el MOE: optimización final

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: tr	481505	1	481505	0,92	0,3547
B: Tp	425448	1	425448	0,81	0,3833
C:Pp	3,30489E+07	1	3,30489E+07	63,24	0,0000
AA	3,85615E+06	1	3,85615E+06	7,38	0,0176
AB	495013	1	495013	0,95	0,3482
AC	877812	1	877812	1,68	0,2175
BB	2212,94	1	2212,94	0,00	0,9491
BC	10512,5	1	10512,5	0,02	0,8894
CC	1,09069E+07	1	1,09069E+07	20,87	0,0005
Error total	6,79321E+06	13	522554,6154		
Total (corr.)	5,68065E+07	22			

Diagrama de Pareto Estandarizado para el MOR

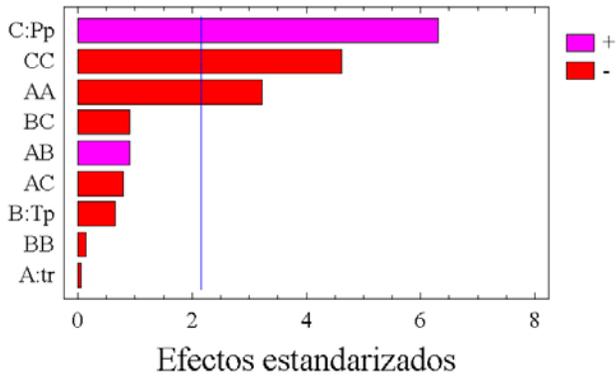


Gráfico de Efectos principales para el MOR

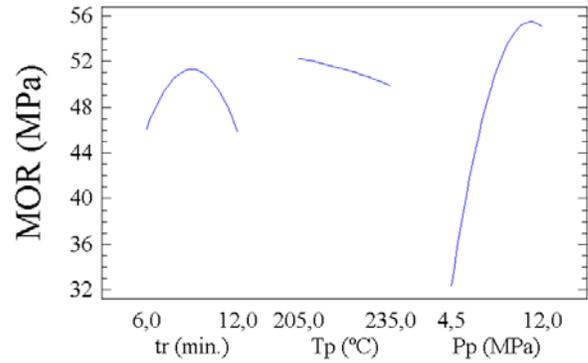
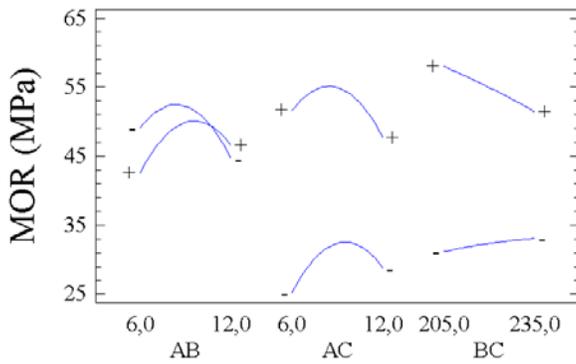
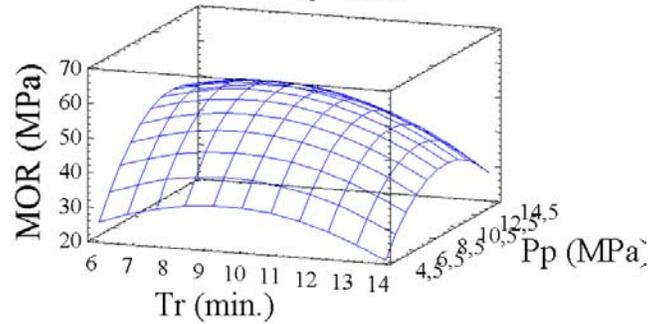


Gráfico de Interacción para el MOR



Superficie de Respuesta Estimada
Tp = 220°C



Superficie de Respuesta Estimada
tr = 9 min.

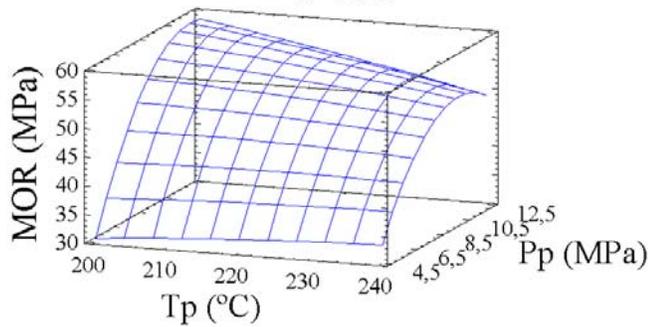


Gráfico para el MOR

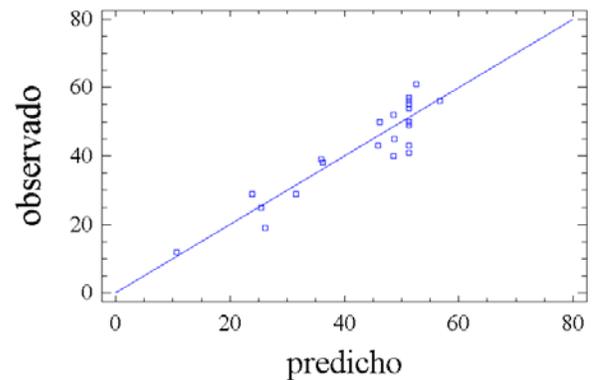


Figura 23. Gráficos para el análisis del MOR: optimización final

Diagrama de Pareto Estandarizado para el MOE

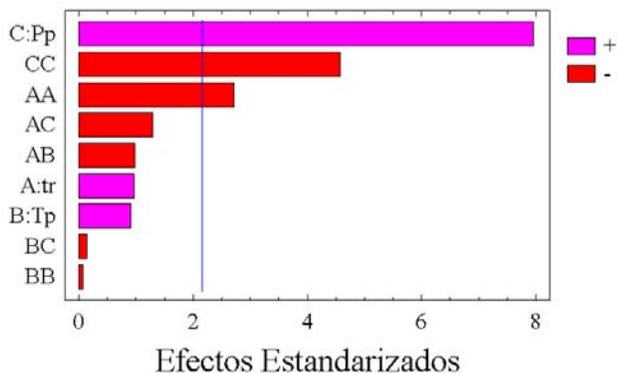
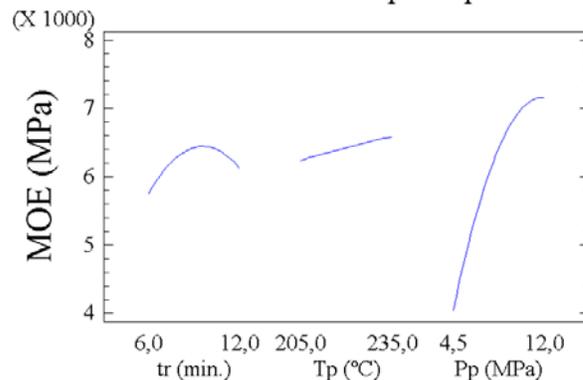
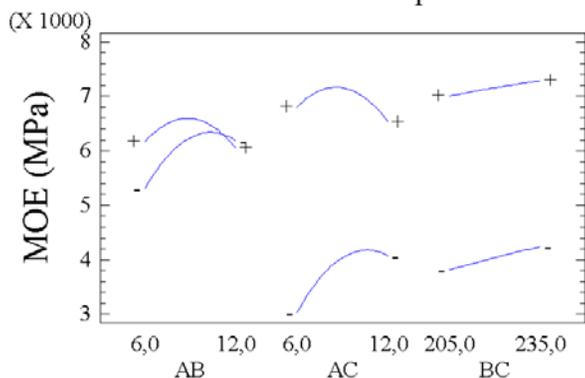


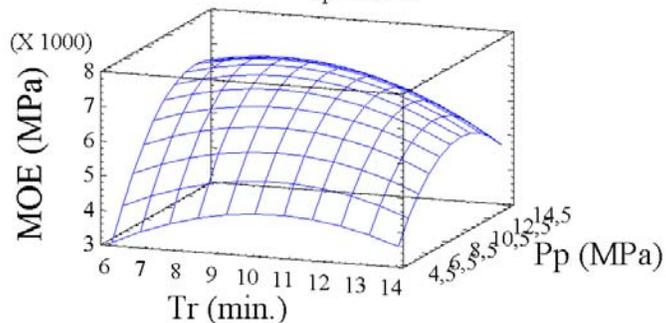
Gráfico de Efectos Principales para el MOE



Gráficos de Interacción para el MOE



Superficie de Respuesta Estimada
Tp = 220°C



Superficie de Respuesta Estimada
tr = 9 min.

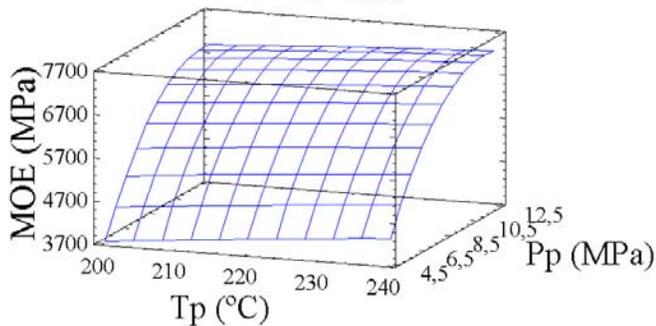


Gráfico para el MOE

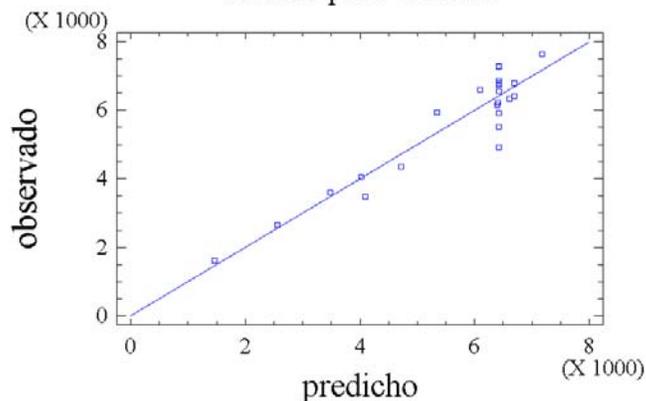


Figura 24. Gráficos para el análisis del MOE: optimización final

En cuanto al IB el ANOVA respectivo se muestra en la Tabla XXV y las gráficas para el análisis en la Figura 25. El modelo ajustado da un R^2 de 79.8% y un SDR de 0.6 MPa.

Tabla XXV. Análisis de variancia para el IB: optimización final

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: tr	0,420651	1	0,420651	1,14	0,3044
B: Tp	0,204544	1	0,204544	0,56	0,4691
C:Pp	0,00503827	1	0,00503827	0,01	0,9086
AA	5,01351	1	5,01351	13,63	0,0027
AB	0,0153125	1	0,0153125	0,04	0,8415
AC	0,0055125	1	0,0055125	0,01	0,9044
BB	0,352408	1	0,352408	0,96	0,3455
BC	0,400512	1	0,400512	1,09	0,3157
CC	12,5009	1	12,5009	33,98	0,0001
Error total	4,78188	13	0,36783692		
Total (corr.)	23,6404	22			

Según se desprende del análisis del ANOVA así como del diagrama de Pareto solo dos factores, el tiempo de pretratamiento y la presión de prensado, afectan de manera significativa el IB. En el apartado de la optimización inicial se había encontrado que el tiempo no tenía importancia estadística, aunque el intervalo estudiado era diferente, trabajándose en este caso con tiempos de pretratamiento más largos. La superficie de respuesta en la Figura 25 muestra que los valores del

IB son más altos en el centro de la región trabajada y que estos alcanzan un valor máximo de 3.7 MPa.

Según se observa en la gráfica de interacción (Figura 25), sólo existe una entre la temperatura y la presión de prensado, aunque ésta no tiene importancia estadística.

En la Figura 25 se observa también un ajuste bastante bueno entre los valores predichos por el modelo ajustado y los observados. El modelo ajustado es el siguiente:

$$IB = 18.2937 + 0.948792 \times tr - 0.259005 \times Tp + 1.88973 \times Pp - 0.0624127 \times tr^2 + 0.000972222 \times tr \times Tp + 0.00233333 \times tr \times Pp + 0.000661887 \times Tp^2 - 0.00397778 \times Tp \times Pp - 0.063075 \times Pp^2$$

A partir del modelo se pueden hallar los valores de los factores que maximizan el IB, estos son $tr = 9.6$ min. y $Pp = 7.4$ MPa. Estas condiciones son bastante diferentes a las obtenidas para el MOE y el MOR. Un tiempo de pretratamiento más largo se traduce en un *M. sinensis* pretratado más severamente, bajo estas condiciones el IB es mejor pero el MOE y el MOR son peores. Algunos resultados previos muestran la misma tendencia³², adicionalmente en el apartado de optimización inicial también se han encontrado resultados en esta misma dirección. Por otra parte, que el MOR y el MOE mejoren más allá de la presión de prensado óptima para el IB demuestra que dicho incremento en la presión de prensado favorece el enlace intra – fibrilar pero no el inter – fibrilar⁶⁸.

Diagrama de Pareto Estandarizado para el IB

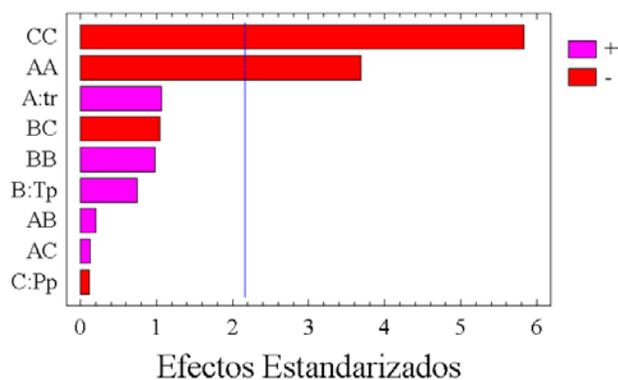
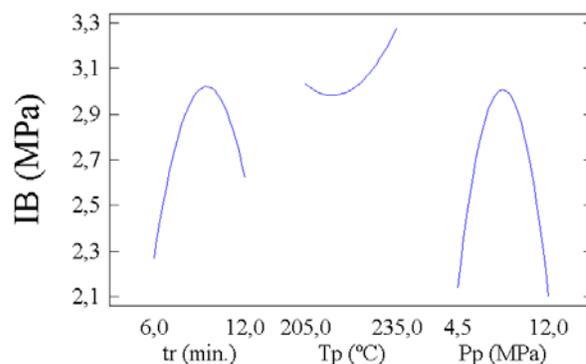
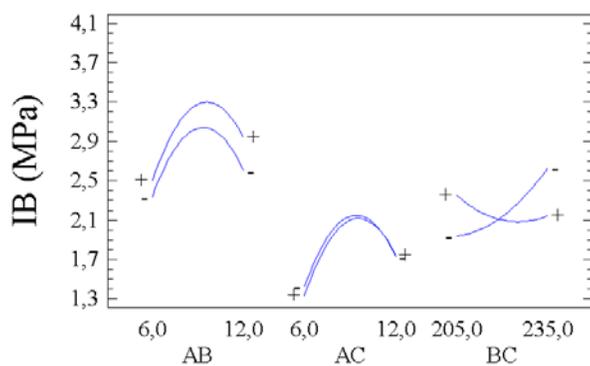


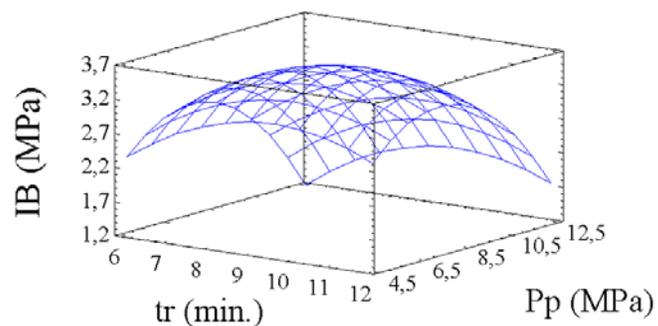
Gráfico de Efectos Principales para el IB



Gráfica de Interacción para el IB



Superficie de Respuesta Estimada
Tp = 245°C



Superficie de Respuesta Estimada
tr = 9 min.

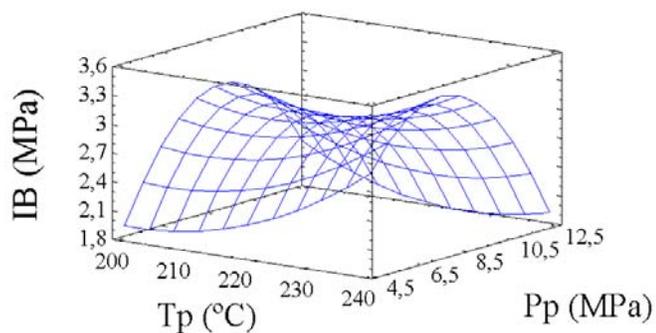


Gráfico para el IB

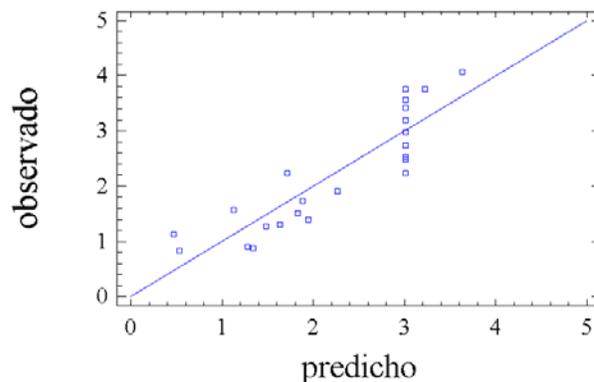


Figura 25. Gráficos para el análisis del IB: optimización final

4.3.4 Propiedades físicas (TS,WA)

Los ANOVAS para el TS y el WA se muestran en la Tabla XXVI y en la Tabla XXVII respectivamente. Los gráficos que ayudan en los análisis se muestran en la Figura 26 y en la Figura 27. Según dichas tablas y gráficos el WA se ve afectado por todos los factores pero el TS solo se ve afectado significativamente por la presión de prensado. Este comportamiento es sorprendente ya que dichas propiedades están muy relacionadas entre sí. En el caso del TS la dispersión en las respuestas es bastante alta, lo cual hace dichos resultados menos fiables. Los análisis se concentrarán por tanto en el WA.

Tabla XXVI. Análisis de variancia para el TS: optimización final

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: tr	134,701	1	134,701	4,13	0,0631
B: Tp	69,9757	1	69,9757	2,15	0,1668
C:Pp	666,477	1	666,477	20,43	0,0006
AA	119,036	1	119,036	3,65	0,0784
AB	1,28	1	1,28	0,04	0,8460
AC	3,645	1	3,645	0,11	0,7435
BB	0,0166721	1	0,0166721	0,00	0,9823
BC	95,22	1	95,22	2,92	0,1113
CC	18,9837	1	18,9837	0,58	0,4591
Error total	424,03	13	32,6177		
Total (corr.)	1532,7	22			

Tabla XXVII. Análisis de variancia para la WA: optimización final

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: tr	375,568	1	375,568	8,47	0,0122
B: Tp	495,684	1	495,684	11,18	0,0053
C:Pp	790,871	1	790,871	17,84	0,0010
AA	160,17	1	160,17	3,61	0,0798
AB	9,90125	1	9,90125	0,22	0,6444
AC	2,31125	1	2,31125	0,05	0,8230
BB	0,558197	1	0,558197	0,01	0,9124
BC	213,211	1	213,211	4,81	0,0471
CC	114,122	1	114,122	2,57	0,1327
Error total	576,431	13	44,3408		
Total (corr.)	2736,76	22			

Los modelos ajustados dan un R^2 de 78.9% para la absorción de agua y 72.3% para el hinchamiento en espesor y un SDR de 6.6% y 5.7%, respectivamente. La temperatura de prensado óptima es la más alta dentro del intervalo trabajado pero los tableros obtenidos a esta temperatura son muy frágiles. Para el WA, existe una interacción significativa entre la presión y la temperatura de prensado (Figura 27): un incremento en la temperatura solo tiene un efecto benéfico a bajas presiones. Esto probablemente se deba al hecho de que a bajas presiones las fibras se encuentran más distantes unas de otras de tal manera que existen pocos puntos de contacto, bajo estas condiciones cuando la lignina funde al incrementarse la temperatura de prensado se forma nuevos puntos de unión, este aumento en el

número de enlaces es el responsable de la menor absorción de agua del tablero. A altas presiones ya existen suficientes puntos de contacto y la lignina al fluir no genera nuevos.

Al observar las gráficas de los valores observados frente a los predichos se puede observar una correlación mayor para el WA que para el TS. Los modelos ajustados son los siguientes:

$$WA = 340.593 - 3.05319 \times tr - 1.30283 \times Tp - 25.7949 \times Pp + 0.352771 \times tr^2 - 0.0247222 \times tr \times Tp + 0.0477778 \times tr \times Pp + 0.000833019 \times Tp^2 + 0.0917778 \times Tp \times Pp + 0.190577 \times Pp^2$$

$$TS = 201.915 - 5.06042 \times tr - 0.640251 \times Tp - 17.1787 \times Pp + 0.304118 \times tr^2 - 0.00888889 \times tr \times Tp + 0.06 \times tr \times Pp + 0.000143965 \times Tp^2 + 0.0613333 \times Tp \times Pp + 0.0777277 \times Pp^2$$

A partir de dichos modelos las condiciones óptimas encontradas para la WA son $tr = 12.4$ min. y $Pp = 7.1$ MPa. Se desprende de estos óptimos que una presión de prensado demasiado alta o un tiempo de pretratamiento muy largo solo contribuirían al deterioro de la estructura interna del material, disminuyendo su resistencia a la absorción de agua.

Diagrama de Pareto Estandarizado para el TS

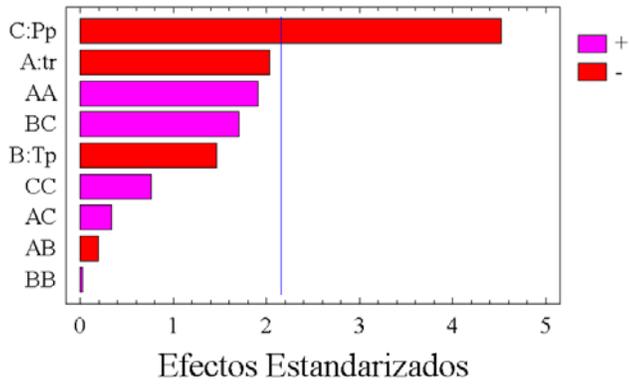


Gráfico de Efectos Principales para el TS

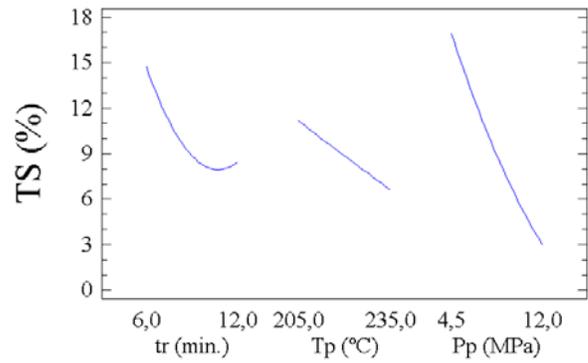
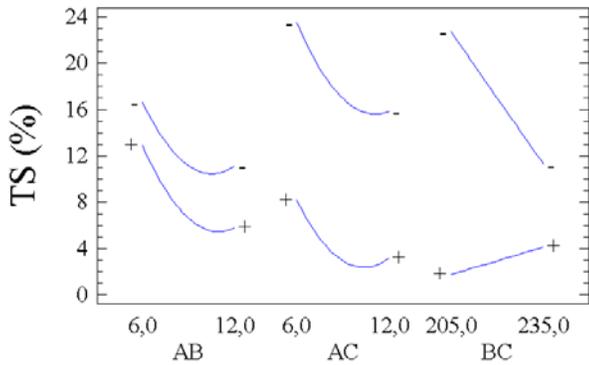
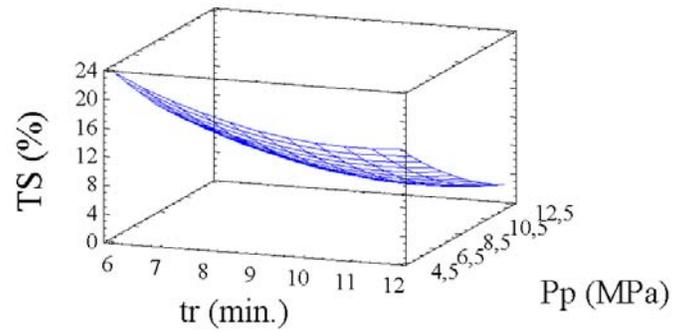


Gráfico de Interacción para el TS



Superficie de Respuesta Estimada
Tp = 220°C



Superficie de Respuesta Estimada
tr = 9 min.

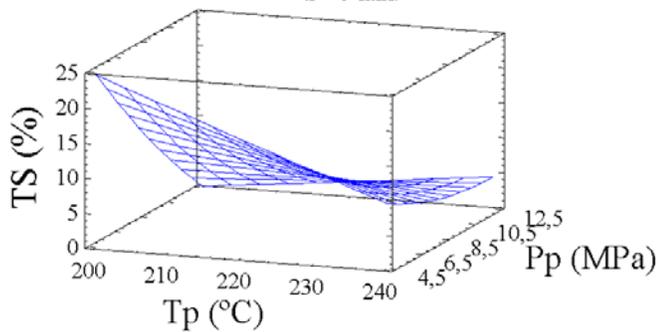


Gráfico para el TS

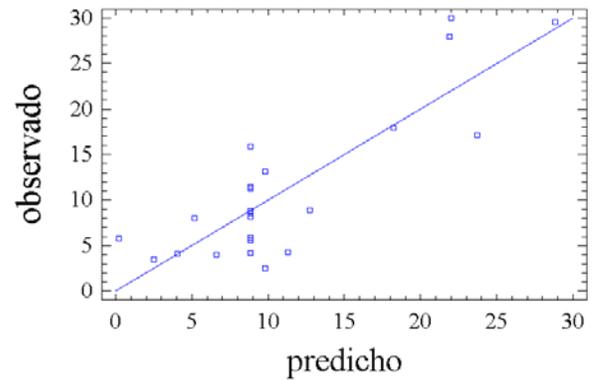


Figura 26. Gráficos para el análisis del TS: optimización final

Diagrama de Pareto Estandarizado para la WA

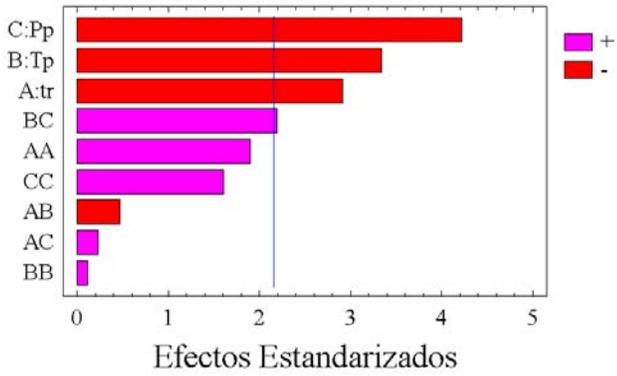


Gráfico de Efectos Principales para la WA

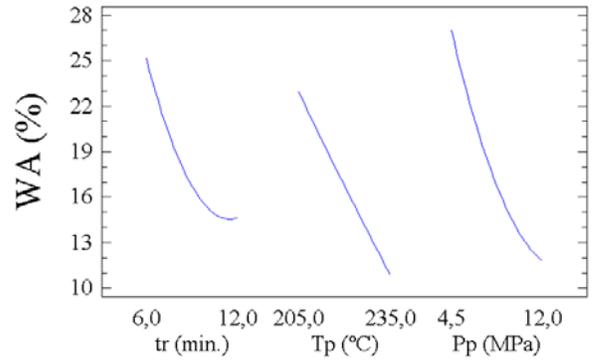
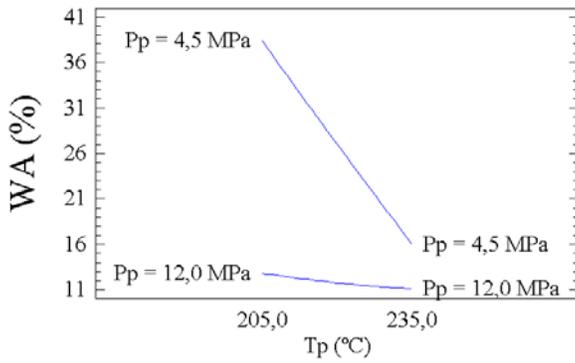
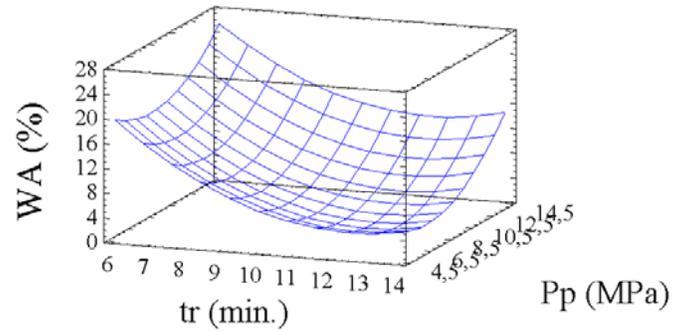


Gráfico de Interacción para la WA



Superficie de Respuesta Estimada
Tp = 245°C



Superficie de Respuesta Estimada
tr = 9 min.

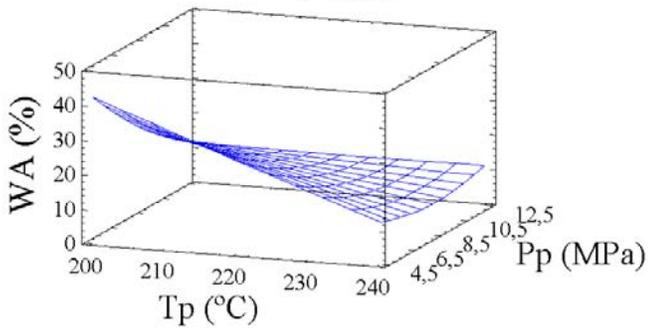


Gráfico para la WA

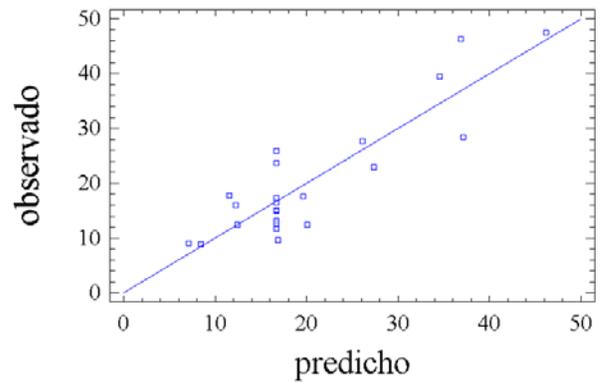


Figura 27. Gráficos para el análisis de la WA: optimización final

4.4 Adición de lignina después del pretratamiento con vapor

En los apartados anteriores se ha visto que la lignina juega un papel preponderante en la formación de los enlaces que proporcionan la resistencia a los tableros. Teniendo en mente este hecho se ha querido explorar la aptitud de la lignina kraft como adhesivo natural en los tableros fabricados a partir de *Miscanthus sinensis*.

4.4.1 Elección de los factores, las variables de respuesta y el diseño experimental

Las condiciones de pretratamiento se han mantenido constantes en los valores que optimizan el MOR y el MOE, es decir, una temperatura de pretratamiento de 203°C y un tiempo de pretratamiento de 7.35 minutos. Se supone que los factores que deben afectar la calidad de los tableros, además de la cantidad de lignina añadida, son las condiciones de prensado.

Con el objetivo de determinar con exactitud los factores que durante la etapa de prensado puedan afectar la calidad se ha realizado un diseño de tamizado (screening design) 2^{5-1} , se exploran los siguientes factores:

- Temperatura de prensado (T_p): 150°C – 200°C
- Tiempo de prensado inicial (t_{pi}): 2 min. – 5 min.
- Presión de prensado inicial (P_{pi}): 6 MPa – 12 MPa
- Tiempo de prensado final (t_{pf}): 2 min. – 5 min.
- Presión de prensado final (P_{pf}): 6 MPa – 12 MPa

La cantidad de lignina se ha mantenido constante al 30%. La variable de respuesta utilizada ha sido cualitativa y valora la apariencia del tablero, pues el mayor problema en la fabricación de tableros con lignina es la presencia de burbujas

internas que deterioran las propiedades del tablero. Dicha valoración utiliza una escala de 1 a 10, siendo 10 el mejor y 1 el peor.

Después de determinar los factores de mayor relevancia se ha realizado un diseño de optimización, en dicho diseño se ha variado la cantidad de lignina. El diseño es del tipo superficie de respuesta 2^3 más estrella, central, ortogonal y rotable. Consta de 23 ensayos con 9 repeticiones en el centro del espacio muestral. La presión de prensado inicial así como la final se han mantenido constantes en 6 MPa y 12 MPa respectivamente. El tiempo inicial de prensado también se mantuvo constante con un valor de 5 minutos. Los factores y sus respectivos niveles se muestran a continuación:

- Temperatura de prensado (T_p): 120°C – 170°C
- Tiempo de prensado final (t_{pf}): 3 min. – 8 min.
- Cantidad de lignina (Lignina): 20% - 40 %

Se analizan las respuestas fisicomecánicas de costumbre.

En todos los caso el material se ha molido antes de prensarlo.

4.4.2 Diseño de tamizado

Los resultados del diseño se muestran en la Tabla XXVIII. El ANOVA aparece en la Tabla XXIX y los gráficos para el análisis en la Figura 28. Todos los factores tienen importancia estadística. Es de anotar la importante influencia negativa de la temperatura de prensado, en la medida que esta se incrementa la apariencia del tablero desmejora, es decir, aparecen más burbujas y la estructura del tablero se ve deteriorada. Este fenómeno representa un problema pues la temperatura debe ser lo suficientemente alta para que la lignina pueda fluir y aportar su carácter adhesivo.

Por otro lado la influencia del tiempo final de prensado es claramente positiva, pues mientras más largo es éste mejor es la apariencia.

Tabla XXVIII. Resultados del diseño de tamizado para la adición de lignina

Tp: temperatura de prensado; tpi: tiempo de prensado inicial; Ppi: Presión de prensado inicial; tpf: tiempo de prensado final; Ppf: presión de prensado final.

Ensayo	FACTORES					VAR. RES.
	Tp (°C)	tpi (min.)	Ppi (MPa)	tpf (min.)	Ppf (MPa)	Apariencia
1	150,0	2,0	12,0	2	6	7,5
2	150,0	2,0	6,0	2	12	4,0
3	200,0	2,0	12,0	5	6	5,0
4	150,0	5,0	12,0	2	12	3,5
5	150,0	5,0	12,0	5	6	8,5
6	200,0	5,0	12,0	5	12	4,5
7	150,0	5,0	6,0	5	12	9,5
8	200,0	2,0	12,0	2	12	1,0
9	200,0	5,0	12,0	2	6	2,0
10	150,0	2,0	6,0	5	6	3,5
11	200,0	5,0	6,0	2	12	4,5
12	175,0	3,5	9,0	4	9	6,0
13	175,0	3,5	9,0	4	9	6,0
14	150,0	5,0	6,0	2	6	3,0
15	175,0	3,5	9,0	4	9	6,0
16	200,0	5,0	6,0	5	6	5,0
17	200,0	2,0	6,0	2	6	5,5
18	150,0	2,0	12,0	5	12	7,5
19	175,0	3,5	9,0	4	9	6,0
20	200,0	2,0	6,0	5	12	5,0

Tabla XXIX. Análisis de variancia para la Apariencia: Tableros con lignina

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: Tp	13,1406	1	13,1406	15,45	0,0171
B: tpi	0,140625	1	0,140625	0,17	0,7051
C:Ppi	0,015625	1	0,015625	0,02	0,8987
D:tpf	19,1406	1	19,1406	22,50	0,0090
E:Ppf	0,015625	1	0,015625	0,02	0,8987
AB	0,390625	1	0,390625	0,46	0,5352
AC	13,1406	1	13,1406	15,45	0,0171
AD	1,26563	1	1,26563	1,49	0,2896
AE	1,26563	1	1,26563	1,49	0,2896
BC	2,64063	1	2,64063	3,10	0,1529
BD	8,26563	1	8,26563	9,72	0,0356
BE	3,51563	1	3,51563	4,13	0,1119
CD	1,89063	1	1,89063	2,22	0,2103
CE	9,76563	1	9,76563	11,48	0,0276
DE	5,64063	1	5,64063	6,63	0,0617
Error total	3,40313	4	0,8507825		
Total (corr.)	83,6375	19			

Como se ve en el Figura 28, existen varias interacciones entre factores con importancia estadística. Inicialmente está la interacción entre la temperatura y la presión inicial de prensado, se observa que el incremento en la temperatura desmejora la apariencia del tablero pero solo cuando la presión inicial de prensado es alta (12 MPa), a presiones bajas (6 MPa) la temperatura no modifica la

apariencia. Otra interacción de interés es la existente entre la presión inicial y la presión final, cuando se incrementa la presión inicial la apariencia desmejora solamente si la presión final es alta, si la presión final es baja (6 MPa) la apariencia mejora al producirse dicho incremento. Por lo tanto si se quiere obtener una buena apariencia una de las presiones debe estar en su nivel bajo y la otra en el nivel alto. Por último existe una interacción de importancia entre los tiempos inicial y final de prensado. En la medida que se incrementa el tiempo inicial de prensado desmejora la apariencia del tablero si el tiempo final de prensado es muy corto, cuando el tiempo final de prensado es largo, por el contrario, la apariencia mejora. Por lo tanto para obtener la mejor apariencia se debe emplea el nivel alto de ambos tiempos, es decir, 5 minutos.

La gráfica de valores observados frente a predichos muestra que el modelo se ajusta bastante bien a pesar de trabajar con una variable de respuesta cualitativa.

A partir de estos resultados se decide que el diseño de optimización se haga variando el tiempo final de prensado y la temperatura de prensado así como el porcentaje de lignina dentro de los intervalos ya explicados. Se mantienen fijas la presión inicial, tiempo de prensado inicial y la presión final en los valores ya también mencionados.

Diagrama de Pareto Estandarizado para la Apariencia

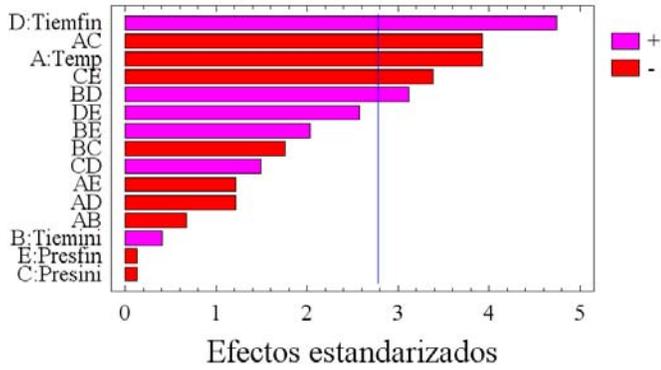


Gráfico de Efectos Principales para la Apariencia

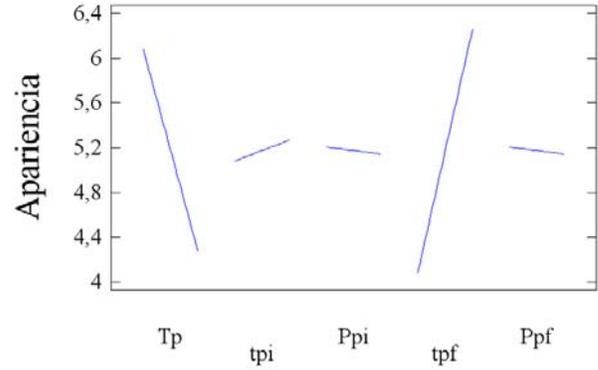


Gráfico de Interacción para la Apariencia

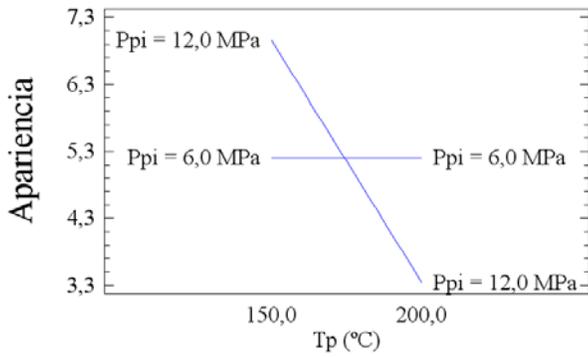


Gráfico de Interacción para la Apariencia

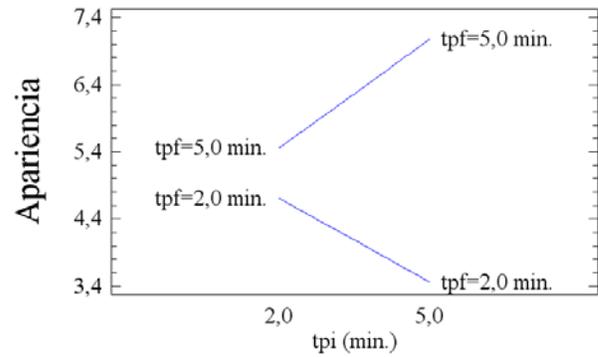


Gráfico de Interacción para la Apariencia

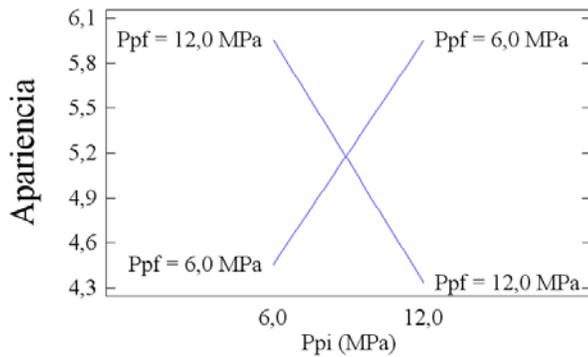


Gráfico para la Apariencia

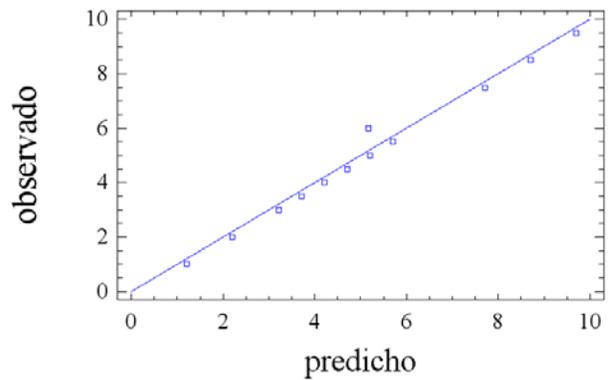


Figura 28. Gráficos para el análisis de la apariencia: efecto de la lignina

4.4.3 Diseño de optimización

Los resultados del experimento de superficie de respuesta se muestran en la Tabla XXX. Para cada una de las variables de respuesta se ha llevado a cabo un análisis de variancia. Todas las pruebas de hipótesis se han realizado a un nivel de significación del 95%.

4.4.3.1 Densidad

El ANOVA para la densidad se muestra en la Tabla XXXI y los gráficos respectivos en la Figura 29. El modelo ajustado en este caso da un R^2 de 80.7% y una SDR de 21 kg/m³. Solo dos factores, la temperatura de prensado y la cantidad de lignina, afectan significativamente la densidad. El tiempo final de prensado no afecta de manera significativa. La superficie de respuesta modelada (Figura 29) indica que un incremento en la temperatura de prensado incrementa la densidad, este incremento es más importante a bajas concentraciones de lignina. Este comportamiento no se había visto antes y se atribuye, por lo tanto, a la presencia de la lignina exógena. El aumento en la cantidad de lignina también incrementa la densidad aunque más suavemente y sobre todo en el intervalo de bajas temperaturas.

Se observa también en la Figura 29 que no existen interacciones de importancia.

El modelo ajustado es el siguiente:

$$\begin{aligned} \text{Densidad} = & 1113.42 - 3.43186 \times Tp - 62.0098 \times tp + 25.0723 \times \text{Lignina} + 0.0155464 \times Tp^2 + \\ & 0.527778 \times Tp \times tp - 0.0675 \times Tp \times \text{Lignina} + 0.611851 \times tp^2 - 0.475 \times tp \times \text{Lignina} - \\ & 0.184224 \times \text{Lignina}^2 \end{aligned}$$

A partir de este modelo se encuentra que las condiciones que maximizan la densidad son una cantidad de lignina de 24 % y la más alta temperatura de prensado estudiada.

Tabla XXX. Resultados del diseño de experimentos de la optimización con lignina

Tp: temperatura de prensado; tp: tiempo de prensado; Lignina: Cantidad de lignina; ρ : densidad; MOE: módulo de elasticidad; MOR: módulo de resistencia; TS: hinchamiento en espesor; WA: absorción de agua; IB: enlace interno: En Gris: repeticiones.

Ensayo	FACTORES			VARIABLES DE RESPUESTA					
	Tp (°C)	tp (min)	Lignina (%)	ρ (kg/m ³)	MOR (MPa)	MOE (MPa)	WA (%)	TS (%)	IB (MPa)
1	145	5,5	30,0	1226	37	4040	46,2	32,1	1,5
2	120	5,5	30,0	1216	34	3640	62,1	38,1	1,1
3	130	7,0	20,0	1197	25	3090	50,2	33,8	1,3
4	160	4,0	40,0	1263			27,2	18,1	1,5
5	130	7,0	40,0	1214	37	3420	62,9	31,7	1,1
6	170	5,5	30,0	1306	53	6590	15,0	11,1	1,7
7	145	3,0	30,0	1221	42	3800	29,7	20,3	1,4
8	160	4,0	20,0	1258	45	5320	33,6	18,8	2,7
9	160	7,0	40,0	1303	42	6530	21,1	8,0	1,3
10	145	5,5	30,0	1293	49	5270	29,5	26,2	2,9
11	145	8,0	30,0	1289	42	4900	24,9	28,5	2,1
12	145	5,5	30,0	1232	45	4620	41,9	32,6	1,9
13	130	4,0	40,0	1268	32	3380	32,6	26,1	1,8
14	145	5,5	30,0	1258	44	4620	33,7	27,3	2,1
15	145	5,5	30,0	1273	49	5030	22,3	16,7	1,9
16	160	7,0	20,0	1280	52	5810	25,8	21,6	2,2
17	130	4,0	20,0	1176	31	3480	54,6	33,0	1,1
18	145	5,5	13,2	1174	41	4280	55,5	38,1	1,2
19	145	5,5	30,0	1260	54	5070	41,9	35,4	2,3
20	145	5,5	30,0	1271	49	5750	22,3	15,6	1,5
21	145	5,5	46,8	1224	28	3480	34,2	24,4	1,4
22	145	5,5	30,0	1244	47	4480	34,4	26,3	1,9
23	145	5,5	30,0	1243	37	3950	33,2	23,4	1,9

Tabla XXXI. Análisis de variancia para la densidad: adición de lignina

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: Tp	11736,9	1	11736,9	25,65	0,0002
B: tp	1504,93	1	1504,93	3,29	0,0929
C:Lignina	3579,2	1	3579,2	7,82	0,0151
AA	194,419	1	194,419	0,42	0,5258
AB	1128,13	1	1128,13	2,47	0,1404
AC	820,125	1	820,125	1,79	0,2036
BB	30,1136	1	30,1136	0,07	0,8015
BC	406,125	1	406,125	0,89	0,3633
CC	5392,57	1	5392,57	11,79	0,0044
Error total	5947,62	13	457,509		
Total (corr.)	30759,2	22			

4.4.3.2 Propiedades mecánicas (MOR, MOE, IB)

Las tablas para el análisis de variancia para el MOR y MOE se muestran en la Tabla XXXII y en la Tabla XXXIII, respectivamente. Los gráficos para los análisis se muestran en la Figura 30 y en la Figura 31. El modelo ajustado para el MOR da un R^2 de 76.9% y una SDR de 5 MPa. Como en el caso de la densidad, solo dos factores aparecen como significativos, la temperatura de prensado y la cantidad de lignina. La superficie de respuesta (Figura 30) muestra que la conducta del MOR con la temperatura de prensado depende de la cantidad de lignina en el tablero.

Diagrama Estandarizado de Pareto

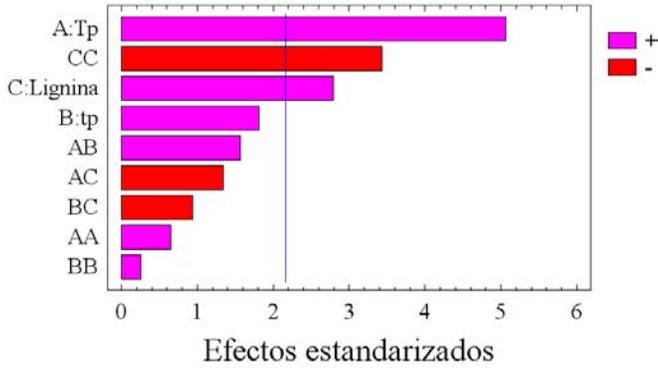


Grafico de Efectos Principales para la Densidad

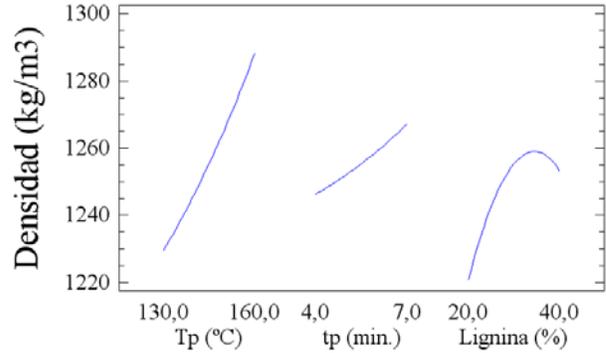
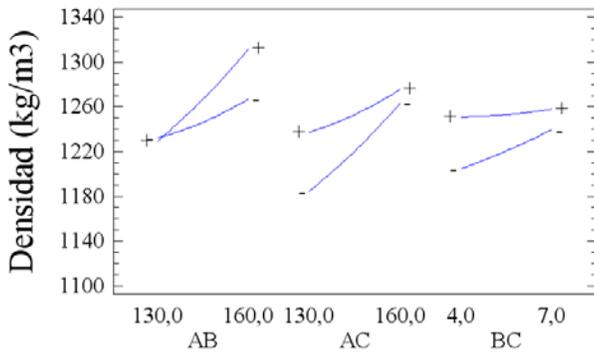
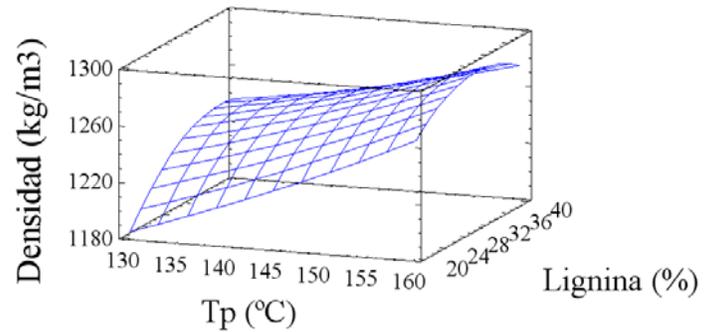


Gráfico de Interacción para la Densidad



Superficie de Respuesta Estimada
tp=5.5 min.



Superficie de Respuesta Estimada
Tp=145 °C

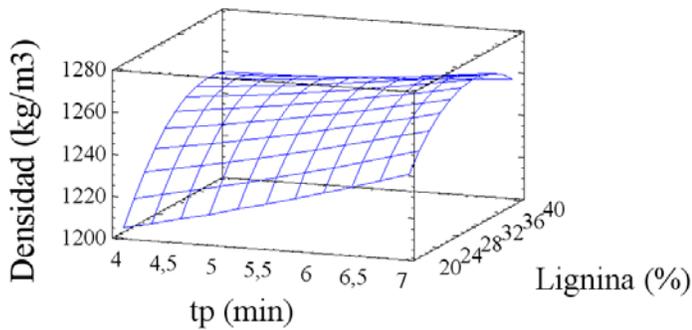


Gráfico de Densidad

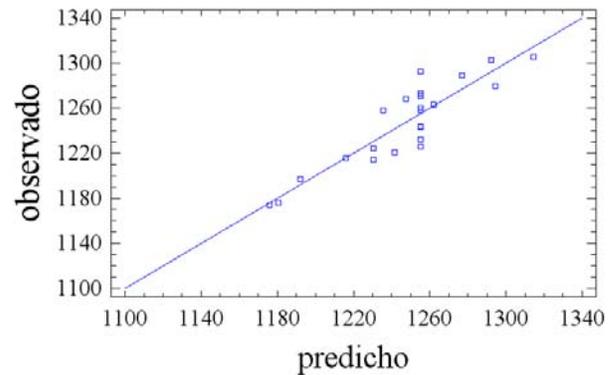


Figura 29. Gráficos para el análisis de la densidad: adición de lignina

En el gráfico de interacción (Figura 30) se puede ver claramente que a bajas temperaturas de prensado un incremento en la lignina tiene un efecto beneficioso en el MOR, por el contrario a altas temperaturas este incremento deteriora el tablero. Esta deterioración se debe probablemente a la formación de burbujas internas en el tablero la cual se ve favorecida por las altas temperaturas y el alto contenido de lignina. De cualquier manera es importante recalcar que a altas temperaturas de prensado los tableros tienen un mejor desempeño sin importar la cantidad de lignina que tengan, quizás a estas temperaturas ya se logre fundir la lignina consiguiendo hacer gala de sus propiedades adhesivas.

Tabla XXXII. Análisis de variancia para el MOR: adición de lignina

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: Tp	357,582	1	357,582	13,23	0,0034
B: tp	16,7408	1	16,7408	0,62	0,4465
C:Lignina	63,6048	1	63,6048	2,35	0,1509
AA	27,444	1	27,444	1,02	0,3335
AB	31,7545	1	31,7545	1,17	0,2997
AC	122,223	1	122,223	4,52	0,0549
BB	53,5728	1	53,5728	1,98	0,1845
BC	19,6301	1	19,6301	0,73	0,4108
CC	314,085	1	314,085	11,62	0,0052
Error total	324,328	12	27,027		
Total (corr.)	1401,32	21			

En cuanto al MOE el modelo ajustado da una R^2 de 85.4% y una SDR de 518 MPa. Son significativos los mismos factores que en el caso del MOR, pero los resultados tienen una tendencia diferente. El efecto de la cantidad de lignina no es tan marcado y no existe ninguna interacción de importancia (Figura 31).

Los modelos ajustados para ambas propiedades se muestran a continuación:

$$MOR = -226.736 + 2.44413 \times Tp - 8.8161 \times tp + 6.23367 \times Lignina - 0.00593461 \times Tp^2 + 0.103962 \times Tp \times tp - 0.0305943 \times Tp \times Lignina - 0.82917 \times tp^2 + 0.12261 \times tp \times Lignina - 0.045173 \times Lignina^2$$

$$MOE = 15706.2 - 171.744 \times Tp - 2142.89 \times tp + 147.369 \times Lignina + 0.54036 \times Tp^2 + 17.3934 \times Tp \times tp - 0.492345 \times Tp \times Lignina - 66.1716 \times tp^2 + 18.5901 \times tp \times Lignina - 3.15057 \times Lignina^2$$

A partir de estos modelos se puede determinar que el máximo del MOR se logra con un 20 % de lignina y el del MOE con un 34%. La temperatura de prensado óptima es en ambos casos, la mayor utilizada.

Para el IB el ANOVA se muestra en la Tabla XXXIV y los gráficos de análisis en la Figura 32. El modelo ajustado da un R^2 de 64.1% y una SDR de 0.3 MPa. Solo dos de los factores, la temperatura de prensado y la cantidad de lignina, se manifiestan como significativos. En la Figura 32 se observa una conducta similar a la del MOR, un incremento en la temperatura de prensado tiene un efecto diferente dependiendo de la cantidad de lignina en el tablero. El gráfico de interacción (Figura 32) revela claramente este comportamiento, a bajas temperaturas de prensado un incremento en la cantidad de lignina tiene un efecto favorable para el IB, a altas temperaturas el incremento se convierte en desfavorable. De cualquier manera los valores más altos para el IB se obtienen a las más altas temperaturas trabajadas. A estas altas

temperaturas la lignina se funde constituyendo enlaces interfibrilares, la resistencia de dichos enlaces determina en ultimo término el IB⁶⁸.

Tabla XXXIII. Análisis de variancia para el MOE: adición de lignina

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: Tp	1,09078E+07	1	1,09078E+07	40,64	0,0000
B: tp	1,09836E+06	1	1,09836E+06	4,09	0,0659
C:Lignina	130617	1	130617	0,49	0,4987
AA	227525	1	227525	0,85	0,3753
AB	888838	1	888838	3,31	0,0938
AC	31652,6	1	31652,6	0,12	0,7372
BB	341194	1	341194	1,27	0,2816
BC	451258	1	451258	1,68	0,2191
CC	1,52781E+06	1	1,52781E+06	5,69	0,0344
Error total	3,22042E+06	12	268368		
Total (corr.)	2,20005E+07	21			

Diagrama Estandarizado de Pareto para el MOR

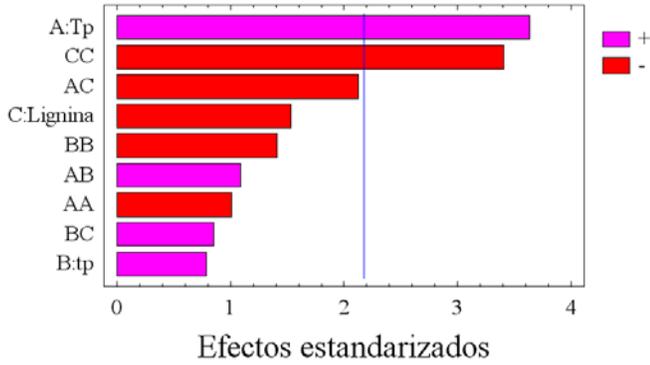


Gráfico de Efectos Principales para el MOR

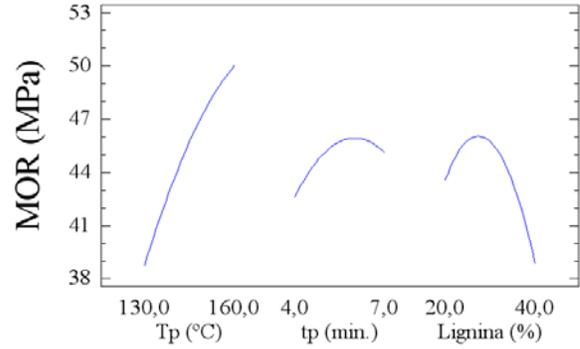
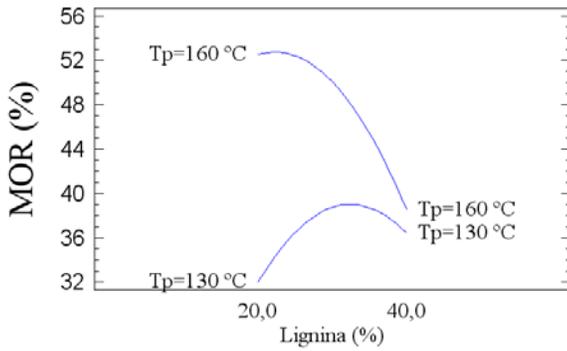
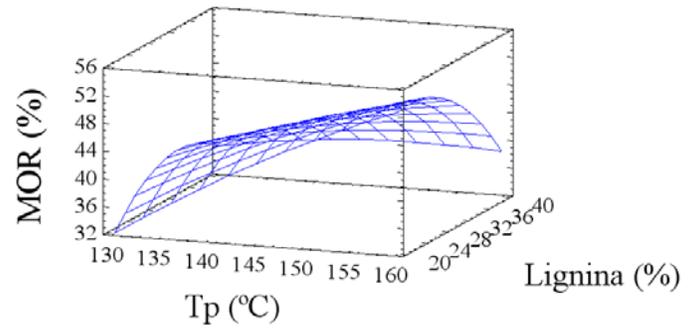


Gráfico de Interacción para el MOR



Superficie de Respuesta Estimada
tp=5,5 min.



Superficie de Respuesta Estimada
Tp=145 °C

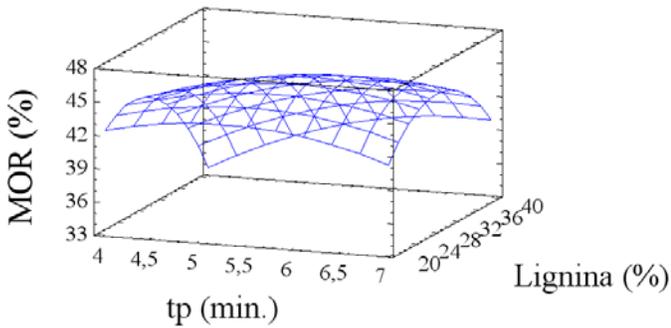


Gráfico para el MOR

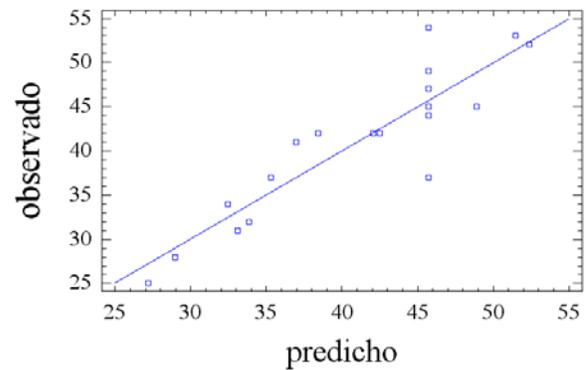


Figura 30. Gráficos para el análisis del MOR: adición de lignina

Diagrama de Pareto Estandarizado para el MOE

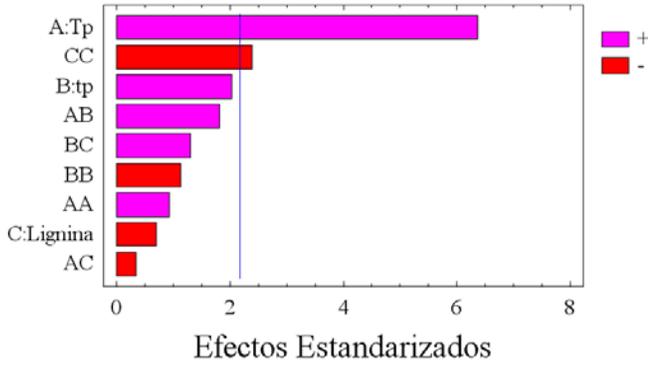
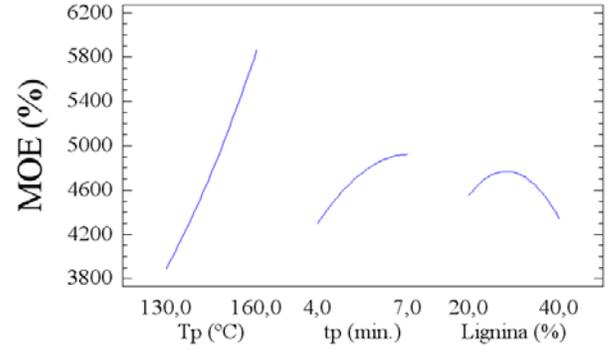
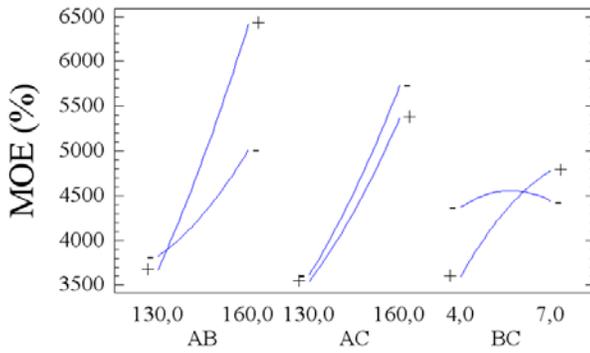


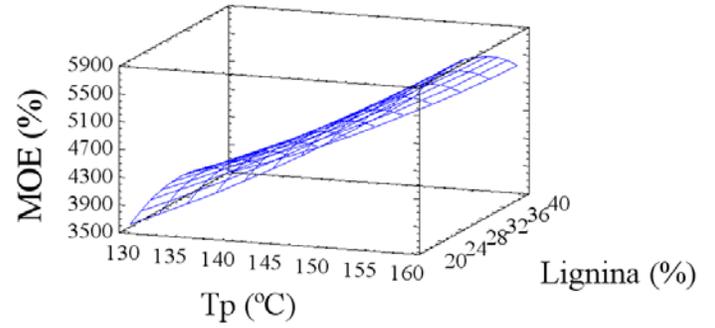
Gráfico de Efectos Principales para el MOE



Gráficos de Interacción para el MOE



Superficie de Respuesta Estimada
tp=5,5 min.



Superficie de Respuesta Estimada
Tp=145 °C

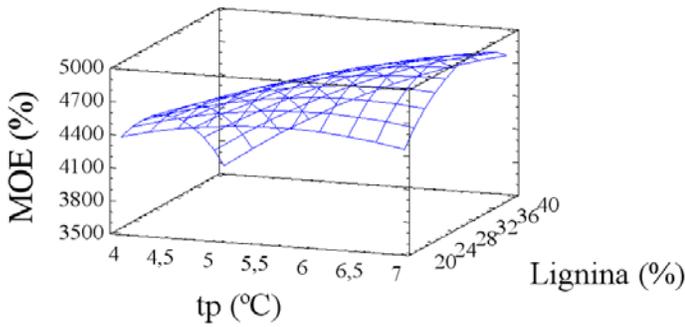


Gráfico para el MOE

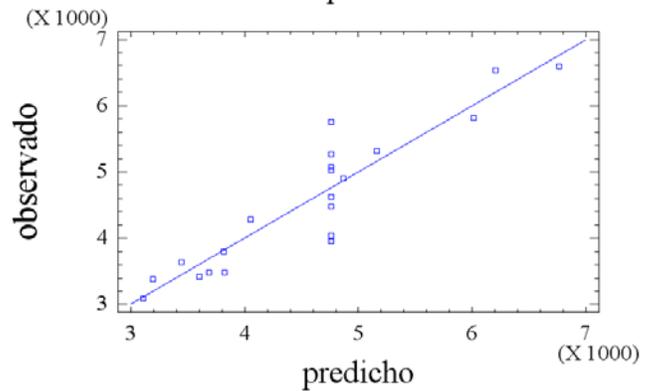


Figura 31. Gráfico para el análisis del MOE: adición de lignina

Tabla XXXIV. Análisis de variancia para el IB: adición de lignina

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: Tp	0,839226	1	8,39226E-01	6,94	0,0218
B: tp	3,85446E-06	1	3,85446E-06	0,00	0,9956
C:Lignina	0,14567	1	0,14567	1,20	0,2939
AA	0,249306	1	0,249306	2,06	0,1765
AB	5,5125E-03	1	5,5125E-03	0,05	0,8345
AC	0,877813	1	0,877813	7,26	0,0195
BB	1,60672E-03	1	1,60672E-03	0,01	0,9101
BC	0,0630125	1	0,0630125	0,52	0,4842
CC	0,434725	1	0,434725	3,60	0,0823
Error total	1,45075	12	0,120896		
Total (corr.)	4,04580	21			

Para el IB el ajuste no es tan bueno como se puede ver en el gráfico de valores observados contra predichos (Figura 32) aunque es suficiente. El modelo es el siguiente:

$$IB = -25.2308 + 0.252696 \times Tp + 0.396809 \times tp + 0.442932 \times Lignina - 0.000563803 \times Tp^2 - 0.00116667 \times Tp \times tp - 0.00220833 \times Tp \times Lignina - 0.00452621 \times tp^2 - 0.00591667 \times tp \times Lignina - 0.00167516 \times Lignina^2$$

Diagrama Estandarizado de Pareto para el IB

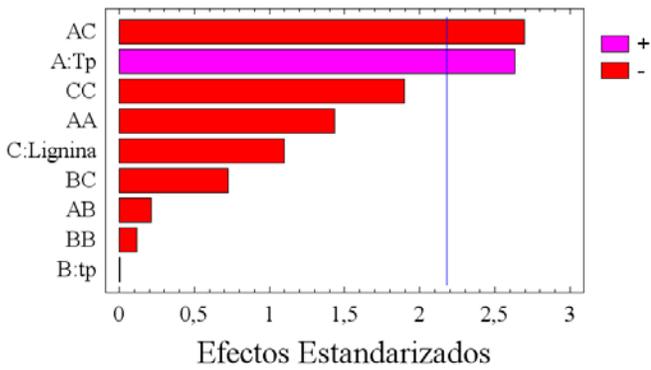


Gráfico de Efectos Principales para el IB

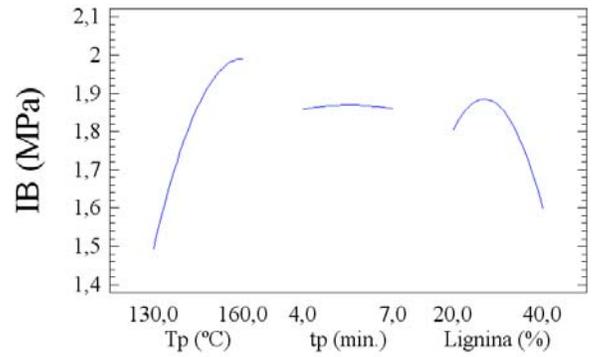
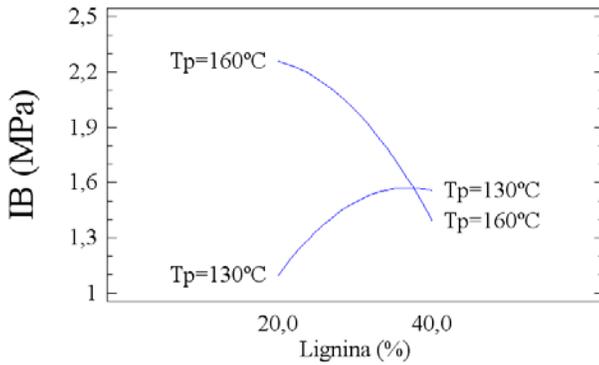
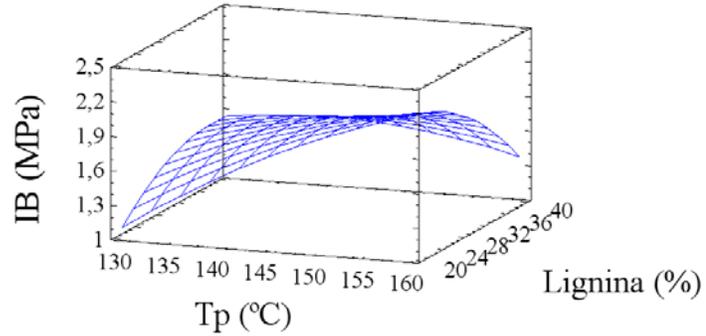


Gráfico de Interacción para el IB



Superficie de Respuesta Estimada
tp=5,5 min.



Superficie de Respuesta Estimada
Tp=145°C.

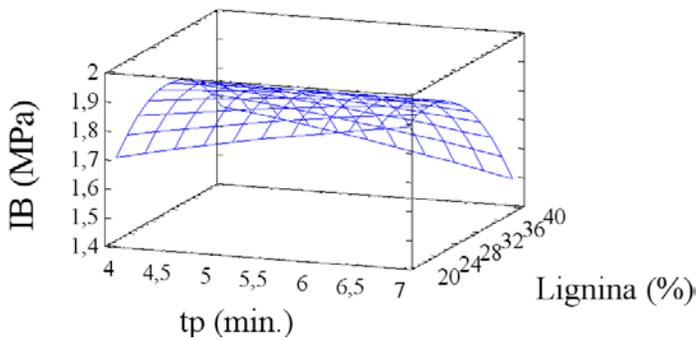


Gráfico para el IB

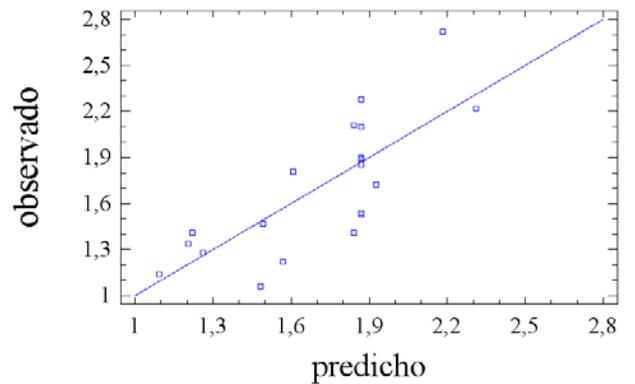


Figura 32. Gráficos para el análisis del IB: adición de lignina

4.4.3.3 Propiedades físicas (TS, WA)

Los respectivos ANOVA para el TS y el WA se pueden observar en la Tabla XXXV y en la Tabla XXXVI. Los gráficos para el análisis en el Figura 33 y en el Figura 34. Del ANOVA se desprende que solamente un factor es estadísticamente significativo en ambos casos, la temperatura de prensado, aunque la cantidad de lignina esta muy cerca del límite de influencia. Mientras más alta es la temperatura mejor es el comportamiento de ambas propiedades (Figura 33, Figura 34). La temperatura de prensado óptima corresponde a la más alta trabajada, aunque a estas temperaturas algunos tableros presentan burbujas las cuales deterioran sus propiedades mecánicas.

Tabla XXXV. Análisis de variancia para el TS: adición de lignina

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: Tp	784,514	1	784,514	21,88	0,0004
B: tp	12,1675	1	12,1675	0,34	0,5701
C:Lignina	157,243	1	157,243	4,39	0,0564
AA	21,3282	1	21,3282	0,59	0,4543
AB	23,4612	1	23,4612	0,65	0,4331
AC	3,51125	1	3,51125	0,10	0,7593
BB	24,0113	1	24,0113	0,67	0,4279
BC	8,20125	1	8,20125	0,23	0,6404
CC	22,5974	1	22,5974	0,63	0,4415
Error total	466,016	13	35,847		
Total (corr.)	1523,37	22			

Tabla XXXVI. Análisis de variancia para la WA: adición de lignina

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Razón F	Area bajo la curva
A: Tp	2161,52	1	2161,52	34,84	0,0001
B: tp	1,12943	1	1,12943	0,02	0,8947
C:Lignina	231,454	1	231,454	3,73	0,0755
AA	58,9831	1	58,9831	0,95	0,3473
AB	198,005	1	198,005	3,19	0,0973
AC	0,405	1	0,405	0,01	0,9368
BB	66,8263	1	66,8263	1,08	0,3182
BC	165,62	1	165,62	2,67	0,1262
CC	274,193	1	274,193	4,42	0,0556
Error total	806,444	13	62,034		
Total (corr.)	3965,59	22			

Los modelos ajustados dan una R^2 de 79.7% para la absorción de agua y de 69.5% para el hinchamiento en espesor. Las SDR son de 4.7% y 6.0% respectivamente.

Los modelos respectivos se detallan a continuación:

$$WA = 223.852 - 2.06086 \times Tp + 33.1789 \times tp - 4.35497 \times Lignina - 0.00856298 \times Tp^2 - 0.221111 \times Tp \times tp - 0.0015 \times Tp \times Lignina - 0.91146 \times tp^2 + 0.303333 \times tp \times Lignina + 0.0415409 \times Lignina^2$$

$$TS = -98.8797 + 1.53909 \times Tp + 19.7002 \times tp - 0.0431854 \times Lignina - 0.00514918 \times Tp^2 - 0.0761111 \times Tp \times tp - 0.00441667 \times Tp \times Lignina - 0.546351 \times tp^2 - 0.0675 \times tp \times Lignina + 0.0119255 \times Lignina^2$$

Diagrama de Pareto Estandarizado para el TS

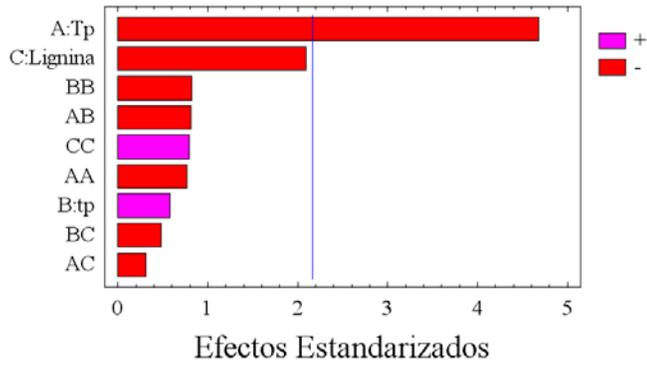
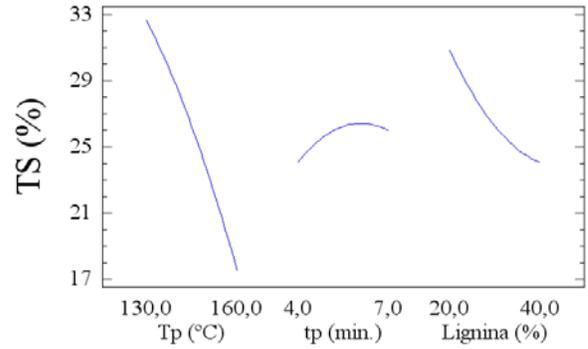
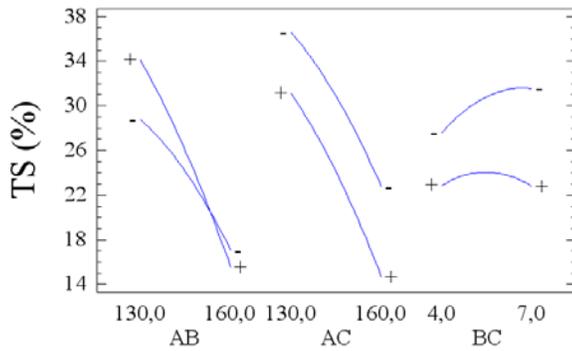


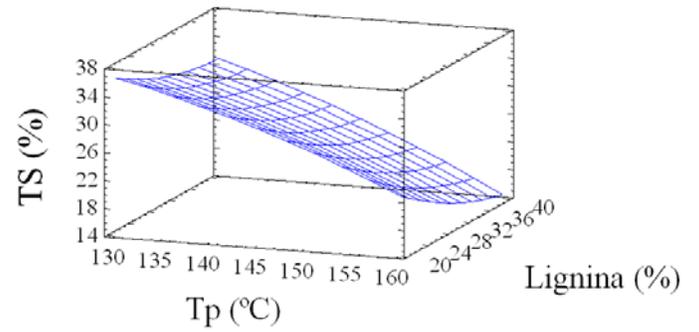
Gráfico de Efectos Principales para el TS



Gráficos de Interacción para el TS



Superficie de Respuesta Estimada
tp=5,5 min.



Superficie de Respuesta Estimada
Tp=145 °C.

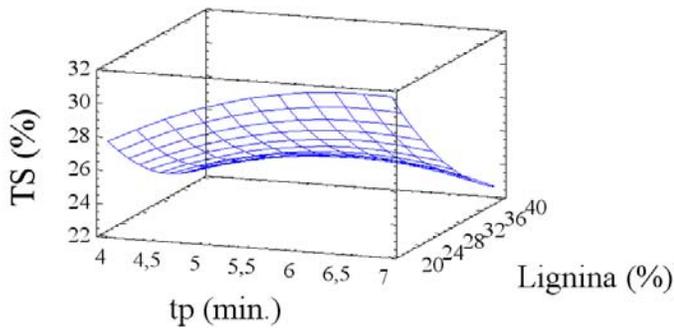


Gráfico para el TS

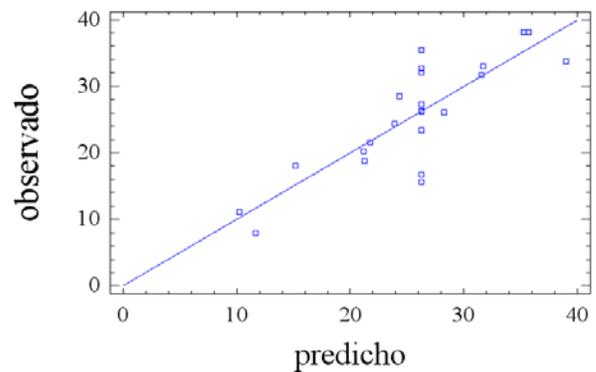


Figura 33. Gráfico para el análisis del TS: adición de lignina

Diagrama de Pareto Estandarizado para la WA

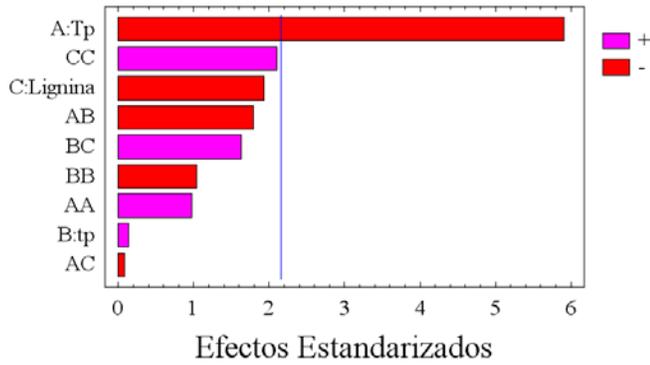


Gráfico de Efectos Principales para la WA

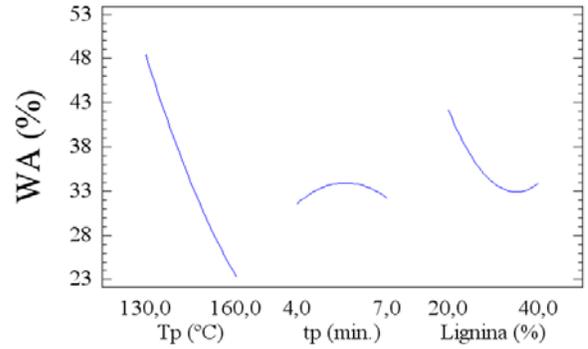
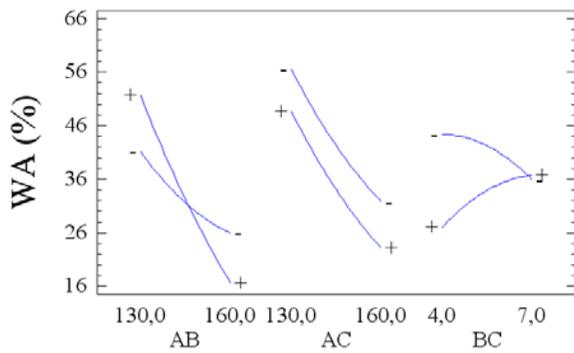
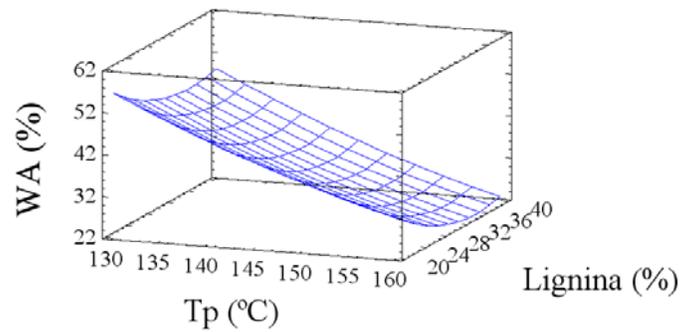


Gráfico de Interacciones para la WA



Superficie de Respuesta Estimada
tp=5,5 min.



Superficie de Respuesta Estimada
Tp=145 °C

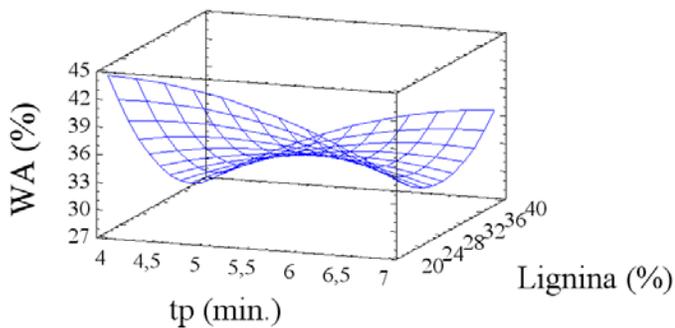


Gráfico para la WA

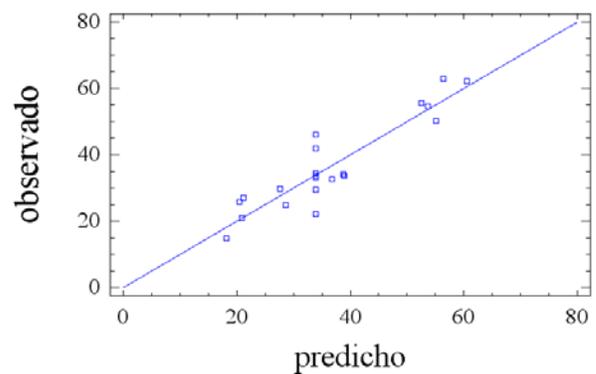


Figura 34. Gráficos para el análisis de la WA: adición de lignina

4.5 Adición de lignina antes del pretratamiento con vapor

De acuerdo con los resultados obtenidos anteriormente se ha querido explorar una forma diferente de añadir la lignina la cual garantice una mejor distribución dentro del material.

La adición de la lignina kraft antes del pretratamiento con vapor debería contribuir a una mayor homogeneización así como a una reducción de las sustancias volátiles (p.e. mercaptanos) que podrían ser las responsables de las burbujas al prensar en caliente.

4.5.1 Lignina retenida en la pulpa

El procedimiento utilizado consiste en adicionar un 30% de lignina a las astillas de *M. sinensis* (con base en el peso total). Posteriormente dicha mezcla se somete a un pretratamiento con vapor a las condiciones óptimas halladas en el apartado de la optimización final ($T_r = 203^\circ\text{C}$, $t_r = 7.35$ min.). La pulpa resultante se lava como es habitual y se deja secar hasta equilibrio con el ambiente. Posteriormente se muele haciéndose pasar por un tamiz de 4 mm.

Con el objetivo de verificar las bondades del proceso, se determina la lignina Klason de la pulpa obtenida y se compara con la de otra pulpa sometida a un proceso idéntico pero sin adición de lignina, los resultados se muestran en la Tabla XXXVII.

Tabla XXXVII. Comparación de la lignina Klason de pulpas con y sin lignina añadida

Muestra	1 Ensayo	2 Ensayo	Lignina Klason Promedio
Pulpa con lignina añadida	43.4%	43.6%	43.5%
Pulpa sin lignina añadida	31.9%	31.1%	31.5%

Se observa un incremento del 12% en promedio al añadir la lignina antes del pretratamiento. Adicionalmente el material se observa muy homogéneo.

4.5.2 Propiedades fisicomecánicas

A partir del material obtenido se realizaron 3 tableros según el procedimiento ya establecido. Se utilizan las condiciones óptimas señaladas en el apartado de optimización final ($T_p = 220^\circ\text{C}$, $t_p = 2$ min., $P_p = 12$ MPa). Los resultados obtenidos para las diferentes propiedades fisicomecánicas se muestran en la Tabla XXXVIII.

Tabla XXXVIII. Propiedades fisicomecánicas de los tableros con lignina añadida antes del pretratamiento

Ensayo	ρ (kg/m ³)	MOE (MPa)	MOR (MPa)	TS (%)	WA (%)	IB (MPa)
1	1329	8490	59	4.1	14.5	2.9
2	1335	7450	62	0.7	7.8	4.0
3	1381	8640	63	2.1	11.5	3.5
Promedio	1348	8193	61	2.3	11.3	3.5

En general se observan muy buenas propiedades de los tableros, los módulos de elasticidad y de ruptura son los mas altos obtenidos hasta ahora. Las propiedades de estabilidad dimensional (TS y WA) así como la resistencia a la tracción perpendicular a las caras están entre las mejores alcanzadas. Es importante recalcar que las condiciones óptimas utilizadas se eligieron para maximizar el MOE y el MOR y para minimizar el TS y la WA. Para maximizar el IB dichas condiciones se deben modificar.

Los tableros no presentan burbujas a pesar de haberlos prensado a alta temperatura, es muy probable que el pretratamiento haya eliminado los compuestos de bajo peso molecular que al vaporizarse durante el prensado podrían generar dichas burbujas. Este hecho a permitido que la lignina fluya y actúe como el adhesivo que es, logrando unos tableros de mejor calidad que cuando la lignina kraft se añadía después del pretratamiento. En este último caso era imposible lograr tableros sin burbujas prensando a altas temperaturas.

Estos experimentos representan solamente una exploración inicial de un nuevo método de adición de lignina. Los resultados son muy prometedores y se deberían optimizar posteriormente las diferentes variables que afectan el proceso, como puede ser la cantidad de lignina añadida a las astillas de *M. sinensis* antes del pretratamiento.

V. Conclusiones

5.1 Optimización inicial

5.1.1 Propiedades fisicomecánicas

- Los modelos ajustados, en los diseños de experimentos utilizados, a las diferentes variables de respuesta han sido satisfactorios y han permitido realizar un análisis muy fiable desde el punto de vista estadístico.
- La densidad de los tableros hechos a partir de *Miscanthus sinensis* no está influenciada estadísticamente ni por la temperatura ni por el tiempo de prensado en la región trabajada. Por lo tanto, si se supone que la densidad tiene influencia determinante sobre las demás propiedades fisicomecánicas, la atención debería centrarse en el pretratamiento.
- Los mejores resultados para el módulo de elasticidad (MOE) y el módulo de resistencia (MOR) se obtienen con un pretratamiento a bajas temperaturas y tiempos largos. Estos resultados coinciden con los valores mínimos obtenidos para la absorción de agua (WA) y el hinchamiento en espesor (TS). Lo más probable es que dichas temperaturas preserven la estructura del material y bajo estas condiciones el tiempo ha de ser largo para facilitar el transporte de calor y materia, pues se supone que la reacción química de hidrólisis se da instantáneamente.
- En cuanto al tiempo de prensado está claro que para todas las propiedades fisicomecánicas analizadas no es estadísticamente importante (IB, TS, WA) o su valor óptimo es el más corto (MOE, MOR). No se debe olvidar que el prensado

consta de tres etapas y que el tiempo del que se habla es solo el de la última etapa. Por lo tanto parece que el tiempo de prensado de la primera etapa fuera suficiente para formar los enlaces deseados. Esto tendría una gran importancia económica en una eventual producción industrial.

- Si fijamos nuestra atención en la temperatura de prensado, su efecto es clave en todas las propiedades menos en la densidad. Los valores óptimos son los más altos para el MOE, MOR, TS y WA. Se recuerda que el punto óptimo del pretratamiento para dichas propiedades es a baja temperatura y durante un tiempo largo (de tal manera que la estructura del material se conserva), bajo estas condiciones una alta temperatura de prensado facilita la transferencia de calor. Presumiblemente la lignina resultante del mencionado pretratamiento posee un mayor peso molecular y necesita una mayor temperatura para fluir y formar posibles enlaces covalentes.
- Las condiciones que optimizan el enlace interno (IB) son bien diferentes a las de las demás propiedades, es decir, una temperatura alta de pretratamiento y baja para el prensado (las otras dos variables no son estadísticamente significativas). Se recuerda que el enlace interno está relacionado íntimamente con el enlace interfibrilar, o sea que la resistencia de la fibra como tal pasa a un segundo plano. Sólo es de interés el área disponible para el enlace y dicha área se incrementa en la medida que el tamaño de la partícula disminuye, un pretratamiento a alta temperatura produce dicha disminución en el tamaño (desmenuza la fibra) y además deja expuesta una lignina de bajo peso molecular que será un excelente adhesivo aún a bajas temperaturas de prensado. Está claro que dicha propiedad va en contravía de las demás físico-mecánicas y se debe

buscar una manera alterna para mejorarla, quizá añadiendo lignina o realizando una molienda mecánica del material.

- Ya que las condiciones óptimas para el tiempo de reacción y la temperatura de prensado para el MOR, MOE, WA y TS están muy cerca de los límites de la región de experimentación, es recomendable hacer una exploración adicional alrededor de dichos máximos.

5.1.2 Propiedades químicas

- El *Miscanthus sinensis* pretratado tiene una proporción mayor de lignina y celulosa comparado con el material original. Dicha proporción se incrementa en la medida que se incrementa la severidad del pretratamiento debido a la disminución de hemicelulosas.
- El pretratamiento no tiene ningún efecto significativo sobre la cantidad de cenizas, esto probablemente se deba a la poca cantidad de las mismas en el material original. Siendo la cantidad de cenizas un indicio de materiales abrasivos indeseables en un proceso industrial es muy deseable una cantidad pequeña de las mismas en la materia prima.
- Las hemicelulosas y la celulosa se ven más afectadas por el pretratamiento que la lignina, ya que los efectos cuadráticos son significativos en las primeras pero no en la tercera. Sin embargo la proporción celulosa a lignina permanece prácticamente constante.

5.1.3 Relaciones entre variables de respuesta

- Existe una relación entre la densidad y las demás propiedades fisicomecánicas, de tal manera que mientras mayor es la densidad mejor es la propiedad en

cuestión. Dichas correlaciones no son muy claras pero sí se observa una tendencia, siendo ésta más clara para las propiedades relacionadas con la estabilidad dimensional. En cualquier caso dichas conclusiones deben tomarse con precaución pues la densidad no se varió a voluntad sino que fue un resultado de modificar otras variables.

- Existe una clara correlación entre el contenido de hemicelulosas y las propiedades relacionadas con la estabilidad dimensional (TS y WA). Mientras más pequeña la cantidad de hemicelulosas mejor es la estabilidad dimensional de los tableros hechos a partir del *Miscanthus sinensis* pretratado. Esto confirma la idea de que las hemicelulosas son las responsables de la inestabilidad dimensional, debido a su carácter hidrófilo. En este caso también es notable que sin tener en cuenta las condiciones de prensado el resultado de la correlación sea tan bueno.
- El mejor ajuste entre el módulo de ruptura (MOR) y la cantidad de lignina o celulosa se logra con un polinomio de orden dos. La correlación obtenida es aceptable y dicho modelo indicaría que existe un valor óptimo de lignina y celulosa que maximiza el MOR. Como estas dos variables no son independientes, parece que lo que limita el incremento del MOR es la cantidad de lignina pues este no es un polímero estructural.
- Hay una muy buena correlación entre el enlace interno (IB) y la cantidad de lignina sin importar las condiciones de prensado. Esto está de acuerdo con la hipótesis de que la lignina contribuye como adhesivo al enlace interfibrilar. Con la celulosa se muestra una tendencia similar aunque no tan clara.

5.2 Efecto de la molienda

- Bajo las condiciones estudiadas la molienda tiene un efecto positivo e importante sobre la densidad y la resistencia a la tracción perpendicular a las caras de los tableros de fibras.
- Moler el material suavemente antes de la etapa de prensado mejora el enlace interno notablemente y disminuye la densidad sin afectar significativamente las otras propiedades fisicomecánicas de los tableros.
- En este caso, la molienda no corta las fibras sino que las segrega a partir de los paquetes de fibras existentes en la pulpa. Dicha segregación incrementa el área de enlace y por lo tanto las posibilidades de incrementar el número y la resistencia de los enlaces cuando el panel se prensa.

5.3 Optimización final

- El modelo estudiado sugiere que, en la región analizada, las condiciones óptimas de pretratamiento y prensado para producir tableros de fibras a partir de *Miscanthus sinensis* son las siguientes:
 - ✓ Temperatura de pretratamiento (del apartado de optimización inicial): 203°C
 - ✓ Tiempo de pretratamiento: 7.35 min.
 - ✓ Tiempo de prensado tercera etapa (del apartado de optimización inicial): 2 min.
 - ✓ Temperatura de prensado: 220°C
 - ✓ Presión de prensado: 12.1 MPa
- Las condiciones encontradas son óptimas para el MOE y el MOR aunque para las demás propiedades los valores que se obtienen a dichas condiciones (a partir de los modelos ajustados) son también muy buenos: IB = 1.8 MPa, WA = 15.3 % y

TS = 5.0%. Si se requirieran valores más altos para el IB, bastaría con bajar un poco la presión de prensado e incrementar el tiempo de pretratamiento.

- Mediante la modificación de las condiciones de pretratamiento y prensado y sin la utilización de ningún aditivo, es posible mejorar la resistencia a la tracción perpendicular a las caras de los tableros sin deteriorar las otras propiedades mecánicas.
- Un incremento en la presión de prensado más allá de 7.4 MPa contribuye principalmente al enlazado intra – fibrilar ya que existe una mejoría en el MOE y el MOR pero no en el IB.

5.4 Adición de lignina después del pretratamiento

- Se ha visto que es posible sustituir en los tableros, material fibroso por lignina sin perder calidad en los tableros.
- Los tableros fabricados a temperaturas de prensado mayores que 170°C, los cuales contengan cantidades de lignina entre 20% y 40% presentan burbujas internas las cuales deterioran las propiedades fisicomecánicas de los tableros. Probablemente ya se ha superado la cantidad máxima de lignina exógena admisible.
- Los mejores tableros obtenidos compiten en calidad con aquellos obtenidos sin lignina, las principales diferencias entre ambos procesos son la temperatura de prensado y la cantidad de fibra adicionada, siendo ambas más bajas cuando se utiliza lignina. Esto es muy beneficioso desde un punto de vista económico.
- Para tableros hechos a altas temperaturas (160°C) la cantidad óptima de lignina está cercana al 20%, más lignina generalmente produce una fatiga en las propiedades.

5.5 Adición de lignina antes del pretratamiento

- Se consigue un incremento en la cantidad de lignina Klason en la pulpa final al añadir lignina kraft a las astillas de *Miscanthus sinensis* antes del pretratamiento con vapor, comparado con una pulpa obtenida bajo las mismas condiciones sin adición de lignina kraft.
- Se obtienen tableros sin burbujas prensando a altas temperaturas. Esto probablemente se deba a la eliminación, durante el pretratamiento, de sustancias de bajo peso molecular presentes en la lignina kraft. Dichas sustancias se podrían vaporizar durante el prensado generando burbujas en los tableros.
- Los tableros obtenidos son de muy buena calidad. Los módulos de ruptura (MOR) y de elasticidad (MOE) arrojan los valores más altos obtenidos hasta ahora en tableros de fibras con *Miscanthus sinensis*. Las demás propiedades se encuentran al nivel de las mejores.
- Esta manera de añadir lignina representa una técnica muy prometedora y en un futuro debería ser punto de partida de nuevas investigaciones. Se deberían optimizar los parámetros que afectan al proceso, así como ensayar con tableros de diferentes espesores los estudiados aquí.

VI. Anexos

6.1 Diseño de experimentos

6.1.1 ¿Qué es el diseño experimental?

Un experimento es una prueba o ensayo. Un experimento diseñado es una o varias pruebas en las cuales se cambian las variables de entrada a un proceso, con el objetivo de observar e identificar las causas del cambio en las variables de salida⁶⁹.

El proceso transforma la entrada en una salida. Algunas variables son controlables y otras no. Los objetivos del experimento en este caso específico son:

- Determinar cuales variables tienen mayor influencia en la respuesta.
- Determinar el mejor valor de las variables controlables que generan una respuesta óptima.

En cualquier experimento, los resultados y conclusiones dependen de la forma en que los datos han sido recopilados.

6.1.2 Análisis de variancia

Para comentar los diferentes aspectos del problema de origen, se hace referencia a los datos de la Tabla XIV que corresponden a los valores de diferentes propiedades fisicomecánicas en 14 tableros asignados a dos diferentes niveles de molienda del material original. Para los efectos de esta explicación se tomarán en cuenta únicamente los valores correspondientes al IB.

La cuestión es si a la vista de estos resultados se puede concluir que el nivel de molienda del material original tiene efecto sobre la variable IB de los tableros producidos.

De forma general, se dice que cada uno de los individuos (tableros) es una unidad experimental. A cada tablero se le aplica un nivel de molienda del material de partida (un tratamiento) y se obtiene así una observación. El problema en este caso es una comparación de dos tratamientos o un modelo de un factor con dos niveles o tratamientos.

6.1.2.1 El modelo

El modelo teórico bajo el cual se enmarca el problema planteado es que las variables aleatorias correspondientes a los diferentes niveles de molienda (tratamientos) cumplen una serie de condiciones:

- Son independientes (hipótesis de independencia)
- Siguen distribuciones normales de media μ_i (hipótesis de normalidad)
- Tienen idéntica desviación típica σ (hipótesis de homocedasticidad)

Estas son las hipótesis del modelo. Dichas hipótesis se verifican después de hacer el análisis.

Cada observación y_{ij} se puede descomponer en dos partes: una parte fija μ_i y una parte aleatoria u_{ij} , generándose así la ecuación del siguiente modelo:

$$y_{ij} = \mu_i + u_{ij}$$

6.1.2.2 Forma alterna de la ecuación del modelo

Otra forma de reescribir la ecuación anterior es:

$$y_{ij} = \mu + \alpha_i + u_{ij}$$

donde μ es la media global y α_i es el efecto del tratamiento (molienda) i . Cada efecto mide la diferencia de cada tratamiento respecto a la media global ($\mu_i - \mu$) y se cumple que la suma de todos ellos es 0. En el caso de la molienda:

$$\alpha_1 + \alpha_2 = 0$$

La equivalencia de este modelo con el anterior se explica porque:

$$\mu_i = \mu + \alpha_i$$

y

$$\mu = \frac{\mu_1 + \mu_2}{2}$$

6.1.2.3 Metodología

Las diferentes fases de la metodología seguir son:

- Estimar el modelo.
- Contrastar la hipótesis nula de la igualdad de medias de los distintos niveles.
($H_0: \mu_1 = \mu_2$).
- Comprobar si cumplen las hipótesis básicas del modelo.

6.1.2.4 Estimación

Hay que estimar los parámetros siguientes:

- La media poblacional global μ .
- Las medias por tratamiento μ_i o, de forma equivalente, los efectos α_i de cada tratamiento (molienda).
- La variancia común σ .

Los estimadores correspondientes son:

- Para la media poblacional μ se utiliza la media global de la muestra, a la que se denota por \bar{x} . En este caso, el estimador para la media poblacional es el resultado de $(1.4+1.2+1.2+2.0+2.2+1.4+2.4+2.9+\dots+2.8)/14 = 2.221$.

- Para las medias poblacionales de cada tratamiento μ_i se utiliza la media muestral de cada uno, en otras palabras $\bar{y}_{i\cdot}$, es decir:

$$\tilde{y}_{1\cdot} = \frac{1.4+1.2+1.2+2.0+2.2+1.4+2.4}{7} = 1.686$$

$$\tilde{y}_{2\cdot} = \frac{2.9+2.4+2.7+3.7+2.1+2.7+2.8}{7} = 2.757$$

- La diferencia entre el valor observado y la media de cada molienda es lo que se denomina residuo:

$$e_{ij} = y_{ij} - \tilde{y}_{i\cdot}$$

- Los residuos en este caso se reflejan en la Tabla XXXIX. Puede verificarse que la suma de los residuos para cada tratamiento es 0.

Tabla XXXIX. Residuos en un análisis de variancia

SIN MOLER	MOLIDO
-0.286=1.4-1.686	0.143
-0.486	-0.357
-0.486	-0.057
0.314	0.943
0.514	-0.657
-0.286	-0.057
0.714	0.043

- Si se utiliza el modelo alternativo, la estimación para cada efecto α_i vendrá dada por $\bar{y}_{i\cdot} - \bar{y}_{\cdot\cdot}$ de tal manera que el caso de la molienda se tiene:

$$\alpha_1 = 1.686 - 2.221 = -0.535$$

$$\alpha_2 = 2.757 - 2.221 = 0.536$$

- Como la suma de todos los efectos es cero, los grados de libertad son $2-1=1$. Para estimar la variancia poblacional se utiliza la variancia de la muestra, la cual se puede calcular mediante la fórmula tradicional o mediante los residuos, de la forma (en el caso que se estudia n es 14, datos totales y k es 2, número de niveles):

$$s_R^2 = \frac{\sum_i \sum_j e_{ij}^2}{n-k} = \frac{(-0.286)^2 + (-0.486)^2 + (-0.486)^2 + \dots + 0.043^2}{12} = \frac{2.986}{12} = 0.249$$

6.1.2.5 Descomposición de la suma de cuadrados

Cuando en el modelo $y_{ij} = \mu + \alpha_i + u_{ij}$ se sustituyen los estimadores indicados, se llega a la siguiente identidad:

$$y_{ij} = \tilde{y}_{..} + (\tilde{y}_{i.} - \tilde{y}_{..}) + (y_{ij} - \tilde{y}_{i.})$$

O también

$$(y_{ij} - \tilde{y}_{..}) = (\tilde{y}_{i.} - \tilde{y}_{..}) + (y_{ij} - \tilde{y}_{i.})$$

Elevando al cuadrado

$$(y_{ij} - \tilde{y}_{..})^2 = (\tilde{y}_{i.} - \tilde{y}_{..})^2 + (y_{ij} - \tilde{y}_{i.})^2$$

y sumando para todas las observaciones se tiene:

$$\sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} (y_{ij} - \tilde{y}_{..})^2 = \sum_{i=1}^k n_i (\tilde{y}_{i.} - \tilde{y}_{..})^2 + \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} (y_{ij} - \tilde{y}_{i.})^2$$

O dicho de otra forma:

La variabilidad total (VT) es la suma de la variabilidad debida a la diferencia entre las medias de cada tratamiento (Variabilidad explicada, VE) y la variabilidad no explicada o residual (VNE).

En el caso de la molienda:

$$VT = (1.4 - 2.221)^2 + (1.2 - 2.221)^2 + (1.2 - 2.221)^2 + \dots + (2.8 - 2.221)^2 = 7.00357$$

$$VE = 7 \times (1.686 - 2.221)^2 + 7 \times (2.757 - 2.221)^2 = 4.01786$$

$$VNE = (-0.286)^2 + (-0.486)^2 + (-0.486)^2 + \dots + 0.043^2 = 2.986$$

6.1.2.6 Objetivo del análisis

El objetivo del análisis es el responder a preguntas como:

- ¿Son todos los tratamientos iguales?

O en otras palabras:

- ¿Afecta la molienda de la materia prima la resistencia a la tracción perpendicular a las caras de los tableros?

En términos estadísticos, el contraste que se plantea es:

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 \text{ siendo } H_1: \mu_1 \neq \mu_2$$

Para responder a estas cuestiones se debe “analizar la variancia” de cada grupo/tratamiento con respecto a la residual.

Si la hipótesis nula es cierta, todas las medias son iguales y las medias muestrales correspondientes serán muy similares, por lo que sus diferencias serán debidas exclusivamente al error experimental. De esta forma la VE será pequeña comparada con la VNE. El contraste se basa pues en comparar la VE y la VNE pero como los grados de libertad son diferentes (en el caso de la molienda, 1 y 12) se debe hacer un ajuste previo. Para ello se toman las variancias:

$$\hat{s}_\alpha^2 = \frac{VE}{k-1} = \frac{4.01786}{1} = 4.01786$$

$$\hat{s}_R^2 = \frac{VNE}{n-k} = \frac{2.98571}{12} = 0.249$$

Se construye el estadístico cociente de las dos

$$F = \frac{\hat{s}_\alpha^2}{\hat{s}_R^2} = \frac{4.01786}{0.249} = 16.15$$

que cuando la hipótesis nula es cierta (es decir, se cumple la igualdad de medias entre tratamientos), sigue una F de Fisher con k-1 y n-k grados de libertad. Cuando existan diferencias, el valor de F será grande. Para un valor de significación α , se elige el valor F_α , tal que:

$$P(F_{k-1, n-k} > F_\alpha) = \alpha \text{ (en el caso de la molienda } F_{0.05; 1, 12} = 4.75).$$

Si el valor del estadístico F es mayor que F_α se rechaza H_0 y se dice que existe evidencia suficiente para afirmar que las medias son distintas. En el caso de la molienda $16.15 > 4.75$ y por lo tanto se puede afirmar que las medias son diferentes, es decir, la molienda afecta la resistencia del enlace interno de los tableros.

6.1.2.7 Tabla ANOVA

Los resultados se suelen disponer como en la Tabla XX, en la columna final se muestra el área bajo la curva, es decir la probabilidad de que una variable con distribución F y k-1 y n-k grados de libertad tome un valor superior al F calculado. Este valor es en el caso de la molienda 0.0017 y como es menor que el nivel de significación, 0.05 para todos los análisis, se concluye que se rechaza la hipótesis nula.

6.1.3 Gráficos para el análisis

Para un análisis más cómodo de los resultados estadísticos se suelen utilizar diferentes representaciones gráficas.

6.1.3.1 Diagrama de Pareto

El diagrama de Pareto (véase Figura 7) muestra cada uno de los efectos estimados en orden de magnitud decreciente. La longitud de cada barra es proporcional al efecto estandarizado, el cual se calcula como el efecto estimado dividido por su error estándar. Esto es equivalente a calcular la estadística t para cada efecto. La línea vertical puede usarse para juzgar cuales efectos son estadísticamente significativos. Cualquier barra que se extienda más allá de la línea corresponde a un efecto el cual es estadísticamente significativo a un nivel de confianza del 95%.

6.1.3.2 Gráfico de efectos principales

Este gráfico (ejemplo: Figura 7) muestra la variable de respuesta analizada como una función de cada factor experimental. En cada uno de los gráficos, el factor de interés se varía desde su nivel bajo hasta su nivel alto, mientras todos los otros factores se mantienen constantes en sus valores centrales.

6.1.3.3 Gráficos de interacción

Este gráfico (véase Figura 7) muestra la variable de respuesta estimada como una función de pares de factores. En cada uno de los gráficos, el primer factor se varía desde su nivel bajo hasta su nivel alto. En una línea, el segundo factor se mantiene constante en su nivel bajo. En la otra línea, el segundo factor se mantiene constante en su nivel alto. Todos los otros factores se mantienen constantes en sus valores centrales. Una diferencia en la pendiente de dichas líneas implica una interacción entre ambos factores.

6.1.3.4 Gráficos de superficies de respuesta

Este gráfico (ejemplo: Figura 7) muestra la variable de respuesta estimada como una función de dos factores. La altura de la superficie representa el valor de la variable de respuesta. Los otros factores se mantienen constantes.

6.1.3.5 Gráficos valor predicho contra valor observado

Este es un gráfico de diagnóstico (ejemplo: Figura 7), muestra los valores observados de la variable de respuesta contra los valores predichos por el modelo ajustado. Mientras más cercanos estén los puntos a la línea diagonal, mejor será el modelo en predecir los valores observados.

Dicho gráfico permite observar además la variabilidad de los datos experimentales.

6.2 Reactor discontinuo de 8 l

6.2.1 Descripción del equipo

Una foto del equipo para realizar las explosiones de vapor se puede observar en la Figura 1. Es un reactor discontinuo con un volumen nominal de 8 litros, construido en acero inoxidable AISI 304 L. Está diseñado para trabajar a una presión de 40 bar y 250°C. Dispone de una válvula superior de 1.5 pulgadas por donde se alimenta el material lignocelulósico que se quiere tratar.

El vapor se puede alimentar tanto por la parte inferior como por la superior según se necesite. Dicho vapor proviene de una caldera SADECA SDE-75 provista de un quemador de gasoil EL-02-9-1D. Este equipo puede proporcionar 75 kg/h de vapor saturado de 40 bar (250°C) con un consumo de gasoil entre 5 y 9 kg/h. El suministro del combustible se realiza desde un depósito de 25 litros que alimenta la bomba del quemador. El agua desionizada se alimenta al hervidor desde un depósito de 100 litros conectado a la red. El equipo dispone de un sistema autónomo de control con

alarmas de fallo de la bomba de agua, fallo del motor del quemador, avería en el quemador, temperatura elevada de los gases de combustión y temperatura elevada del vapor. También dispone de un controlador de presión y una válvula de seguridad. La caldera esta probada a 40 bar expulsando el vapor a la atmósfera si se sobrepasa esta presión. Existe un sistema de seguridad redundante que permite apagar la caldera desde otra habitación en caso de un mal funcionamiento.

El reactor dispone también de una camisa a la cual se le puede alimentar vapor y la cual permite un mayor control de la temperatura durante el tiempo que dure la reacción.

El reactor esta conectado a un tanque de despresurización de 100 litros mediante una válvula neumática de 1 pulgada, dicho tanque esta construido en acero inoxidable AISI 304 L y está diseñado para soportar presiones hasta de 4 bar. Posee una tapa de unos 75 cm de diámetro la cual permite una fácil descarga de los productos de la explosión súbita. Así mismo en la parte inferior tiene una válvula de purga que permite la eliminación de los líquidos generados en el proceso. En la parte superior posee una válvula que permite eliminar el vapor para reducir la presión.

6.2.2 Procedimiento de operación

1. Se toman y seleccionan tallos de *M. sinensis* retirándoles la corteza y las flores.
2. Se astillan con ayuda de la astilladora GA 100 Black & Dekker.
3. Se enciende la caldera y se espera a que estabilice.
4. Se verifica que el tanque de descarga así como el reactor estén limpios.
5. Se verifica que la válvula neumática que conecta el reactor con el tanque de descarga esté funcionando correctamente.

6. Se cierra bien el tanque de descarga tanto la tapa principal como la válvula de purga de líquidos.
7. Se calienta el reactor hasta la temperatura de consigna admitiendo vapor con ayuda de la válvula adecuada. Se verifica que no existan fugas de vapor. Se abre la válvula neumática temporalmente para permitir el paso del vapor al tanque de descarga. Se disminuye la presión en el tanque de descarga utilizando la válvula de desfogue. Se repite la admisión de vapor hasta que el reactor este caliente. Finalmente se purgan los líquidos generados en el tanque de descarga.
8. Se verifica que el reactor este depresurizado y se abre la válvula principal para alimentar el material. Las astillas del material (100 g) se alimentan con ayuda de un embudo y una varilla metálica.
9. Se cierran todas las válvulas (tanque de depresurización y reactor) y se alimenta vapor a las condiciones deseadas de temperatura y tiempo. La admisión del vapor y el control de la presión se realizan con la misma válvula. Evítese el error de paralaje en la lectura de presión.
10. El reactor se descarga mediante una abertura completa y sostenida de la válvula neumática que conecta el reactor con el tanque de descarga. Después se cierra la válvula neumática.
11. Se depresuriza el tanque de descarga y se procede a admitir vapor al reactor hasta alcanzar una presión de 20 bar y se descarga inmediatamente abriendo la válvula neumática como se indico antes. El objetivo de este paso es limpiar el reactor de cualquier residuo que hubiera podido quedar en el mismo.
12. Se vuelve a depresurizar el tanque de descarga y se abre la válvula para purgar los líquidos generados, los cuales se recogen en un recipiente adecuado.

Posteriormente se abre el tanque, se retira la pulpa obtenida y se lava. En caso de tener que tratar más material a las mismas condiciones el tanque no se abre y se repite el procedimiento desde el paso 8.

6.3 Caracterización del material lignocelulósico

6.3.1 Humedad

La humedad se debe determinar para poder expresar los resultados de las diferentes fracciones haciendo referencia al material lignocelulósico seco.

6.3.1.1 Procedimiento

En la determinación de la humedad del material lignocelulósico se ha seguido el protocolo indicado en la norma ASTM E-871-82. Inicialmente, en una balanza de precisión, PRECISA 125A DE 0.0001 g, se pesan aproximadamente 2 g. de muestra húmeda. Se introduce la fibra en la estufa a 105°C durante 4 horas. Pasado este tiempo se retira la muestra del horno, se deja enfriar en un desecador y se vuelve a pesar. Esta operación se repite hasta obtener un peso constante. El análisis se realiza por triplicado.

6.3.1.2 Cálculos

El porcentaje de humedad (%H) haciendo referencia al material húmedo original se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\%H = 100 \times \frac{(M_2 - M_3)}{(M_2 - M_1)}$$

M₁ peso del recipiente

M₂ peso del recipiente y de la muestra húmeda

M₃ peso del recipiente y de la muestra seca

6.3.2 Cenizas

Las cenizas determinan la cantidad de sales minerales (constituyentes inorgánicos sólidos) que hay en el material lignocelulósico original.

6.3.2.1 Procedimiento

En la determinación de la cantidad de cenizas se ha seguido el protocolo indicado en la norma ASTM D 1102-84.

Se utilizan crisoles de porcelana previamente introducidos en una mufla HERON 12-PR/400 a 600°C por un periodo de una hora. Estos se pesan en una balanza PRECISA 125A de 0.0001 g.

Se toman entre 2 y 5 g de una muestra de humedad conocida y se pesan en los crisoles. Se colocan los crisoles en la mufla calentada previamente a 600°C. Se deja 3 horas a esta temperatura, posteriormente se apaga la mufla y las muestras se retiran cuando se alcanza una temperatura de 200°C. Se enfrían en un desecador y se pesan rápidamente.

6.3.2.2 Cálculos

El porcentaje de cenizas (%Cenizas) referido al material seco con cenizas se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\%Cenizas = 100 \times \frac{(M_3 - M_1)}{(M_2 - M_1) \left(\frac{100 - \%H}{100} \right)}$$

M_1 peso del crisol

M_2 peso del crisol y de la muestra húmeda

M_3 peso del crisol y de las cenizas

$\%H$ porcentaje de humedad de la muestra

6.3.3 Extractivos acuosos

Para poder realizar una caracterización del material lignocelulósico sin interferencias es necesario preparar una muestra libre de extractivos.

Los extractivos del material representan los compuestos de bajo peso molecular solubles en diferentes tipos de solventes. La preparación de un material libre de extractivos es necesaria para realizar los análisis de lignina Klason y de azúcares elementales.

6.3.3.1 Procedimiento

Mediante una extracción con agua caliente se solubilizan las sales minerales, el almidón, las galactanas, las sustancias pépticas, los colorantes y algunos azúcares.

El método seguido se encuentra detallado en el estándar ASTM D1110-84. Inicialmente se determina la cantidad de material seco presente en el cartucho de extracción. El sistema de extracción soxhlet con agua se mantiene en reflujo durante un tiempo mínimo de 6 h a 100°C, durante este tiempo el líquido de extracción debe alcanzar un color transparente. Finalmente se seca el conjunto cartucho-fibra a 105°C, se enfría en un desecador y se pesa.

6.3.3.2 Cálculos

El contenido de extractivo acuosos (%EA) con referencia al material seco original se determina según la expresión:

$$\%EA = 100 \times \frac{(M_3 - M_2)}{(M_3 - M_1)}$$

M_1 Peso del cartucho soxhlet seco a 105°C

M_2 Peso del sistema cartucho-muestra extraída con agua seco a 105°C

M_3 Peso del sistema cartucho-muestra seco a 105°C

6.3.4 Extractivos orgánicos

Los extractivos orgánicos están compuestos, principalmente, por ceras, grasas, resinas, aceites y taninos.

6.3.4.1 Procedimiento

Para esta determinación se utiliza la norma estándar ASTM D1107-84. El sistema de partida es el material libre de extractivos acuosos. Con ayuda de una mezcla de etanol y tolueno (1:2) se logran extraer los compuestos orgánicos. El sistema de extracción soxhlet se mantiene en reflujo por un tiempo mínimo de 6 horas tiempo durante el cual el líquido de extracción alcanza un color transparente. Se intenta regular la potencia del sistema de calentamiento de tal manera que la velocidad de vaciado del sifón sea de 4 a 6 veces por hora. Posteriormente se seca el cartucho con el material libre de extractivos a 80°C en una estufa de vacío.

6.3.4.2 Cálculos

El contenido de extractivos orgánicos (%EO), se expresa con referencia al material seco original y se obtiene a partir de la siguiente expresión.

$$\%EO = 100 \times \frac{(M_4 - M_2)}{(M_3 - M_1)}$$

M₁ y M₃ especificados como en el caso anterior

M₂ peso del sistema cartucho-muestra extraída con orgánicos seco

M₄ peso del sistema cartucho-muestra extraída con agua seco

6.3.5 Lignina Klason

La lignina representa aproximadamente un 30% del material lignocelulósico. Se determina y se cuantifica la lignina insoluble en medio ácido. El material libre de extractivos se somete a dos hidrólisis consecutivas, los polisacáridos se hidrolizan

hasta sus monómeros constituyentes y en la solución permanece un sólido que es el que se cuantifica.

6.3.5.1 Procedimiento

Se ha seguido el protocolo descrito en la norma estándar ASTM D1106-84.

Inicialmente, en la primera hidrólisis, se tratan unos 0.3 g del sustrato lignocelulósico libre de extractivos con ácido sulfúrico concentrado (24.1 N) en un baño con temperatura controlada a 30°C. Durante una hora se va agitando todo el sistema.

En la segunda hidrólisis, se diluye el sistema anterior agregando 84 ml de agua destilada, alcanzándose una concentración de ácido del 4% w/w (0.82 N). El recipiente se tapa y se introduce en un autoclave SELECTA AUTOTESTER 437-P, calentado previamente a 100°C, se cierra el autoclave y se deja durante media hora a 120°C. Posteriormente el recipiente se deja enfriar hasta alcanzar unos 20°C.

El sólido se filtra utilizando una placa filtrante del n. 3, previamente pesada. Se recogen el filtrado, el cual contiene los azúcares disueltos. El residuo de lignina se lava con agua destilada hasta que las aguas de lavado sean neutras. Se seca el sistema sólido-placa filtrante en la estufa a 105°C hasta lograr peso constante.

6.3.5.2 Cálculos

El cálculo de la lignina Klason (%LK) referido al material original seco es el siguiente:

$$\%LK = \frac{(M_3 - M_2)}{M_1} \times \left(1 - \frac{\%EO}{100} - \frac{\%EA}{100} \right)$$

%EA porcentaje de extractivos acuosos

%EO porcentaje de extractivos orgánicos

M_1	masa de la muestra seca libre de extractivos
M_2	masa de la placa filtrante seca
M_3	masa del sistema filtro-lignina seco

6.3.6 Azúcares elementales por HPLC

Los azúcares elementales que provienen de la hidrólisis ácida previa se pueden separar cuantitativamente mediante la técnica de cromatografía líquida de alta resolución.

6.3.6.1 Procedimiento

Para la determinación se emplea un cromatógrafo HPLC BECKMAN System Gold con un modulo de bombas BECKMAN 126. La columna empleada, una columna Bio-Rad HPX-87H, se mantiene a una temperatura de 40°C. El detector utilizado de índice de refracción Beckman 156 se mantiene a una temperatura de 20°C y cuenta con una interface digital BECKMAN 406. Como eluyente se utiliza una solución de acetonitrilo en ácido sulfúrico 0.005M (84% v/v) a un caudal de 0.5 ml/min. El volumen de inyección utilizado es de 20 μ L.

6.3.6.2 Cálculos

Los cálculos de las concentraciones de los azúcares a partir de las rectas de calibrado obtenidas con patrones de concentración conocida se realizan mediante un programa instalado en el propio sistema.

6.4 Equipo de prensado

6.4.1 Descripción del equipo

En la Figura 35 se presenta un esquema del equipo de prensado. La prensa es oleodinámica con una capacidad de 60 toneladas. Tiene una carrera de cilindro de

180 mm y consta de un chasis vertical con un cilindro de doble efecto en la parte superior. El grupo oleodinámico, con un motor de 1 CV, mando de abertura y cierre, esta unido al chasis. La prensa también dispone de un transductor de presión en la parte superior y de un lector digital para el control del esfuerzo aplicado.

Las placas se calientan mediante resistencias eléctricas, el control de las mismas se realiza a través de un regulador de temperaturas que se encuentra fijo a la pared. La placa superior tiene unas dimensiones de 310 x 310 x 20 mm³.

El conjunto de prensa y accesorios tiene un peso de 455 Kg y están fabricados con F114.

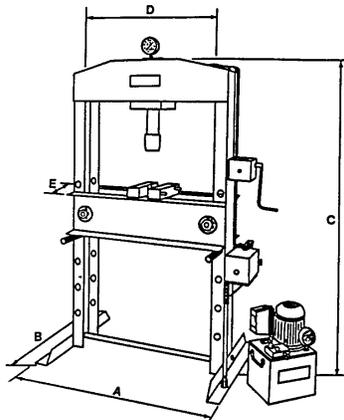


Figura 35. Esquema del equipo de prensado (A=1150 mm, B=850 mm, C=1835 mm, D=860 mm, E=387 mm)

6.4.2 Método de operación

Las operaciones que se realizan normalmente con este equipo se describen con detalle a continuación:

6.4.2.1 Calentamiento previo de las placas

1. Poner el conector del cuadro eléctrico al costado de la prensa en posición ON.

2. Colocar la temperatura de consigna de las resistencias A y B de las placas.
Primero se presiona la tecla de la izquierda para modificar la temperatura de consigna y después mediante las teclas \wedge y \vee se ajusta la temperatura de consigna.
3. Observar la evolución del calentamiento de las placas mediante los indicadores A (correspondiente a la placa superior) y B (correspondiente a la placa inferior).

6.4.2.2 Llenado del molde

1. Comprobar previamente el grado de humedad del material que se va a prensar.
2. Aplicar aceite a la placa inferior y a la parte inferior del pistón del molde.
3. Situar la base del molde de $50 \times 150 \text{ mm}^2$ centrada sobre la placa inferior.
4. Llenar el molde con el material lignocelulósico con ayuda de una pala e ir apretando la fibra hasta que quepa todo el material al interior del molde.
5. Colocar el pistón del molde de tal manera que ajuste con la base.

6.4.2.3 Prepensado a las condiciones de consigna

1. Conectar el motor de la prensa
2. Accionar el mando en posición A, de tal manera que comience a bajar el émbolo y haga presión.
3. Comprobar la presión en el indicador respectivo, verificando que no pase de las 60 toneladas.
4. Prensar a las condiciones de consigna y descomprimir.

6.4.2.4 Prensado

1. Después del prepensado, prensar durante el tiempo, la temperatura y la presión de consigna.

2. Comprobar que las temperaturas de las planchas permanece estable.
3. Pasado el tiempo de prensado accionar la palanca en la posición C y después en la posición B, émbolo hacia arriba.

6.4.2.5 Desmoldado

1. Retirar el molde de la prensa y colocarlo en forma vertical.
2. Con ayuda de un martillo se golpea el pistón del molde en dirección al tablero.
3. Gracias al golpe el tablero se despega del molde y se deja enfriar.

6.5 Caracterización de los tableros

6.5.1 Propiedades físicas

6.5.1.1 Densidad

Con el objetivo de determinar la relación entre la masa en gramos, de una probeta y su volumen se ha seguido la norma UNE 32394 para tableros de fibras duros. Las probetas se han de acondicionar tal como se indica en la norma UNE 56-734, es decir, se mantienen a 20°C y con una humedad relativa de 65% hasta que alcancen la humedad de equilibrio.

Cuando la probeta ya esta acondicionada se pesa con una precisión de 0.1 g. Se mide el espesor de la probeta en la intersección de las diagonales. Posteriormente se mide la longitud en el centro y de igual manera se determina el ancho. Con estas medidas se calcula el volumen de la probeta con una precisión de 0.1 cm³.

En resumen, la densidad de la probeta se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\rho = \left(\frac{m}{v} \right) \times 1000$$

ρ densidad en kg/m³

m peso de la probeta en gramos

v volumen de la probeta en cm³

El resultado se expresa con una aproximación de 10 kg/m³

6.5.1.2 Absorción e hinchamiento después de sumergir la probeta en agua

El principio del método se fundamenta en la determinación de la absorción de agua calculando el aumento en la masa y el hinchamiento en espesor de la probetas después de la inmersión total en agua durante 24 h ± 15 min. Se ha empleado la norma UNE 31794.

Las probetas son cuadradas de 50 mm de lado. Estas se pesan con una precisión de 0.01 g. Seguidamente, se mide el grueso en el centro de la probeta con una aproximación de 0.01 mm. Luego se colocan las probetas verticalmente y separadas unas de otras en un recipiente que contiene agua destilada con un pH neutro y una temperatura de 20°C. Los tableros han de estar sumergidos unos 20 mm por debajo de la superficie del agua durante 24 h ± 15 min.

Se sacan las probetas del agua y se colocan horizontalmente sobre hojas de celulosa de tal manera que se les retire el agua en exceso. Durante los 10 min. siguientes, se pesan las probetas y se les mide el espesor como al comienzo.

El porcentaje de absorción de agua se calcula con la siguiente fórmula:

$$WA = \frac{(M_1 - M_0)}{M_0} \times 100$$

WA porcentaje de absorción de agua

M₁ peso después de la inmersión en agua

M₀ peso inicial de la probeta

Los resultados se expresan con un 0.1% de aproximación

El porcentaje de hinchamiento en espesor se calcula mediante esta fórmula:

$$TS = \frac{(L_1 - L_0)}{L_0} \times 100$$

TS porcentaje de hinchamiento en espesor

L₁ espesor después de la inmersión

L₀ espesor inicial de la probeta

El resultado se expresa con un 0.1% de aproximación

6.5.2 Propiedades mecánicas

6.5.2.1 Resistencia a la tracción perpendicular a las caras

La resistencia a la tracción perpendicular a las caras determina la fuerza del enlace (cohesión interna) existente entre las fibras del tablero. El fundamento de este ensayo consiste en determinar la resistencia de una probeta que se somete a un esfuerzo de tracción uniformemente distribuido, hasta la ruptura. Esta resistencia se expresa como la carga máxima perpendicular a las caras que soporta el tablero en relación con la superficie sobre la cual se aplica dicha carga. Se ha seguido el método descrito en la norma UNE EN 31994.

Para poder realizar este ensayo se requiere una máquina que pueda aplicar una fuerza de tracción perpendicular a las caras de la probeta, mediante tacos de sujeción y medir la fuerza aplicada con una precisión del 0.1 %. Además los tacos han de incorporar un dispositivo de autoalineación con una articulación tipo rótula en cada uno de los costados de la probeta. Los tacos de sujeción se realizan con acero y tienen las dimensiones indicadas en la norma.

Las dimensiones de la probeta son de 50 x 50 mm² y se han de cortar con precisión, con los ángulos de 90° y los cantos rectos y limpios. Posteriormente se determinan el espesor y la longitud de la probeta.

Las probetas se pegan con un adherente epóxico a unos tacos de aluminio que se describen en la norma. Después de que el adhesivo haya curado las probetas se acondicionan.

El conjunto taco-probeta se coloca en los tacos de sujeción y se le aplica la carga necesaria para romperlo. La carga se ha de aplicar a una velocidad constante durante todo el ensayo. La velocidad se ha de regular de tal manera que alcance la carga máxima en 60 ± 30 s. Se registra la carga máxima soportada por la probeta con una precisión del 1%.

La resistencia a la tracción perpendicular a las caras del tablero se calcula según la siguiente expresión:

$$IB = \frac{F_{\text{máx}}}{(a \times b)}$$

IB resistencia a la tracción perpendicular a las caras en MPa

$F_{\text{máx}}$ carga en la ruptura en N

a,b dimensiones de la probeta en mm

6.5.2.2 Resistencia a la flexión y módulo de elasticidad

La determinación de la resistencia a la flexión y del módulo de elasticidad se realiza mediante un ensayo de flexo-tracción. Se ha seguido la norma UNE EN 31094 para tableros de fibras. En este ensayo se aplica una carga en el centro de una probeta rectangular que esta apoyada en sus extremos. En la Figura 36 se muestra un esquema del ensayo.

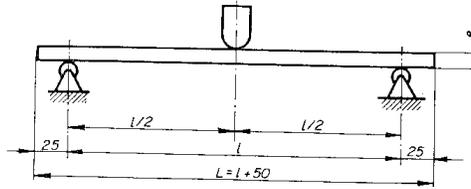


Figura 36. Esquema del ensayo de flexión

El módulo de elasticidad se calcula utilizando la secante de la curva carga-deformación en el primer tercio ya que dentro de esta zona los tableros tienen un comportamiento lineal. El valor calculado se puede denominar módulo aparente, ya que este método de ensayo incluye tanto la influencia del esfuerzo cortante como la flexión y no se cumplen estrictamente las hipótesis anunciadas anteriormente.

La tensión de ruptura se ve afectada por las mismas limitaciones, especialmente por la falta de linealidad que se observa en la parte final del ensayo.

La determinación del módulo de elasticidad y la tensión de ruptura se realiza a través de la teoría elemental de vigas, tal y como se indica posteriormente.

El dispositivo de ensayo consta de un soporte con dos cilindros paralelos que hacen de punto de apoyo. Estos cilindros tienen una longitud superior al ancho de la probetas y un diámetro de 15 ± 0.5 mm. La distancia entre los dos puntos de apoyo se puede ajustar dependiendo de las dimensiones de la probeta. Así mismo el dispositivo de ensayo consta de un cabezal de carga cilíndrico con la misma longitud que los puntos de apoyo y con un diámetro de 15 ± 0.5 mm el cual esta colocado paralelamente y equidistante de éstos.

Los instrumentos utilizados en la medida de las deformaciones que se producen en la mitad de la probeta tienen una precisión de 0.1 mm. El sistema de medida de la carga aplicada en las probetas tiene una precisión de 1% del valor medido.

Las probetas son rectangulares de 50 mm x 150 mm, acondicionadas según requiere la norma. Antes de realizar la prueba se miden el ancho y el espesor de la probeta. Una vez conocido el espesor de la probeta se determina la distancia entre los dos puntos de apoyo, la cual será 20 veces el espesor nominal del tablero ± 1 mm.

Las probetas se apoyan con su eje longitudinal perpendicular a los ejes de los cilindros de apoyo. La carga se aplica en el centro de la probeta. La velocidad de deformación ha de ser constante durante la realización del ensayo y se debe alcanzar la carga máxima en 60 ± 30 s.

Se mide la deformación en el centro de la probeta, concretamente sobre el cabezal de carga, con una precisión de 0.1 mm y se registran los valores correspondientes a la deformación y la carga en el 10% y el 40% de la carga máxima. También se registra la carga máxima.

El módulo de elasticidad se calcula de acuerdo con la siguiente expresión:

$$MOE = \frac{(l_1^3 (F_2 - F_1))}{(4bt^3 (a_2 - a_1))}$$

MOE módulo de elasticidad, en MPa

l_1 distancia entre los ejes de apoyo, en mm

b anchura de la probeta, en mm

t espesor de la probeta, en mm

F_2 40% de la carga máxima, en N

F_1 10% de la carga máxima, en N

a_2 deformación obtenida a F_2 , en mm

a_1 deformación obtenida a F_1 , en mm

La resistencia a la flexión de cada probeta se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$MOR = \frac{3F_{max}l_1}{2bt^2}$$

MOR resistencia a la flexión, en MPa

F_{max} carga máxima, en N

l₁, b, t igual que en la formula anterior

6.6 Equipo de medida de las propiedades mecánicas

6.6.1 Marco de tracción

Para poder aplicar las fuerzas necesarias en los diversos ensayos y poder situar los elementos e instrumentos específicos se utiliza un marco dotado de un sistema de accionamiento y reducción mecánica como el que se presenta en la Figura 37.

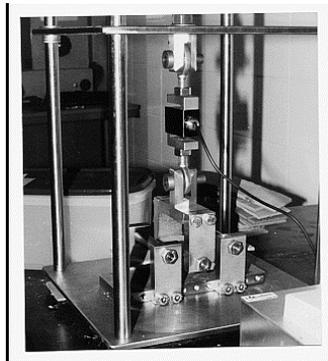


Figura 37. Marco de tracción y flexión (con el dispositivo de flexión)

6.6.2 Sistema de accionamiento y reducción mecánica

El movimiento de la superficie móvil se obtiene a partir de un tornillo fijo a dicha superficie. El movimiento del tornillo se acciona mediante una corona dentada de 100 dientes con rosca interior. La corona está engranada en otro tornillo sin fin que produce una reducción de 100:1. La entrada del tornillo sin fin lleva acoplada una polea dentada de 32 dientes de paso $T = 2.5$ mm y dicha polea está accionada por un motor eléctrico con una polea dentada de 11 dientes. Este accionamiento mecánico proporciona a 1500 r.p.m. del motor eléctrico una velocidad de 30 ± 3 mm/min. de

la superficie móvil. Existe la posibilidad de acoplar diferentes poleas modificando así la relación de transmisión de tal manera que se puede variar el intervalo de velocidades que se obtienen modificando la velocidad del motor eléctrico.

6.6.3 Regulación de la velocidad

Se utiliza un motor eléctrico de 12V (nominales). El sistema se alimenta mediante dos batería de 12 V en serie que proporcionan una corriente continua de 24 V con muy poco ruido electromagnético.

Para regular la velocidad del motor se ha construido un circuito que inhibe el paso de corriente durante un porcentaje del tiempo, el cual se puede variar a voluntad con un potenciómetro. El sistema de regulación electrónico dispone de un circuito biestable con un chip integrado IC555 que alimenta un transistor MJ11011 Darlington de potencia (encapsulado TD-3 que permite disipar más potencia) el cual trabaja con corte de saturación. Se incorpora además un disipador de calor de aluminio y un ventilador para mejorar la refrigeración del transistor.

6.6.4 Instrumentos para el ensayo de tracción

Para poder tirar de los tacos encolados a las probetas de tracción se cuenta con un juego de mordazas en acero AISI 314 que garantiza una correcta realización del ensayo.

Las mordazas incorporan un dispositivo de autoalineación que garantiza la perpendicularidad de las fuerzas y un repartimiento uniforme de los esfuerzos de tracción. Para las uniones de las mordazas con el marco de tracción se han utilizado acoplamientos con rótula teflonada de baja fricción tipo Elges GE 12 UK (DIN 648) en cada uno de los extremos. En la Figura 38 se muestran las mordazas para el ensayo de tracción.

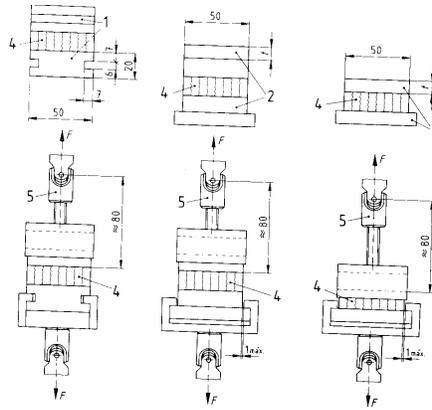


Figura 38. Mordazas para el ensayo de tracción

Los tacos de sujeción se han mecanizado con una fresadora vertical. El material empleado es aluminio y la forma y dimensión corresponden a la norma citada anteriormente. En la Figura 39 se muestran los tacos para el ensayo de tracción.

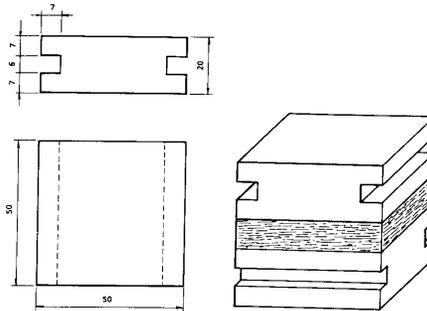


Figura 39. Tacos para el ensayo de tracción

6.6.5 Instrumentos para el ensayo de flexión

Las características necesarias del dispositivo vienen descritas en la respectiva norma. Se cuenta con un soporte con dos cilindros que hacen de punto de apoyo. Estos cilindros tienen una longitud superior a la anchura de las probetas y cumplen con la especificación del diametro de 15 ± 0.5 mm. La distancia entre los dos puntos de apoyo es regulable y se puede ajustar dependiendo de las dimensiones de la probeta cuya forma se muestra en la Figura 40.

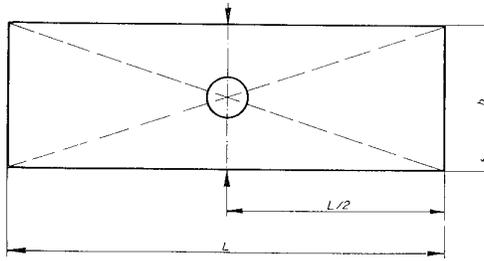


Figura 40. Probeta para el ensayo de flexión

La otra parte del dispositivo de ensayo consta de un cabezal de carga cilíndrico con la misma longitud que los ejes de apoyo y con igual diámetro al de los apoyos. La Figura 37 muestra el marco de flexión y tracción.

El material empleado es acero inoxidable AISI 304 y las uniones como en el caso anterior se realizan a través de rótulas que garantizan una correcta aplicación de las cargas. En la Figura 37 se muestra también el instrumento para el ensayo de flexión.

6.6.6 Sensores

Para la medición de las fuerzas se utiliza una celda de carga extensiométrica (EPPEL) con fondo de escala 212.27 kg. La celda de carga ha sido calibrada.

La lectura de los desplazamientos se realiza mediante un transductor de desplazamiento potenciométrico (TR-75 mm, Novotechnik) cuya linealidad de salida es superior a 0.075%.

6.6.7 Recolección y tratamiento de los datos

La lectura de la celda de carga y del desplazamiento se realiza mediante el equipo MBC de la empresa CM4 Ingeniería Mecánica.

Este equipo permite la lectura simultánea de dos celdas de carga extensiométricas, un transductor de posición potenciométrica y un codificador (para medir posiciones angulares y desplazamientos). Además, lleva incorporadas placas análogas–digitales para introducirlos datos en un ordenador.

El sistema de adquisición de datos está controlado por un ordenador 486 DX a 50 MHz que soporta un software específico para la adquisición, el registro y presentación de los datos de los ensayos.

VII. Referencias bibliográficas

- ¹ Jones, M.B., McCarthy, S., Keane, R., Halbert, C., “*Miscanthus* Productivity Network”. En: *Biomass for Energy & Industry, Procs. of 7th. E.C. Conf., pp 101-107, Eds. D.O. Hall, G. Grassi, H. Scheer, Ponte Press, Bochum (1994).*
- ² Curt, MD., Fernández, J., Martínez, M., “Productivity and radiation use efficiency of sweet sorghum (*Sorghum bicolor* (L.) Moench) cv. Keller in central Spain”, *Biomass and Bioenergy* 14 (1998) 169
- ³ Gominho, J., Fernández, J., Pereira, H., “*Cynara cardunculus* L. – a new fibre crop for pulp and paper production”, *Industrial Crops and Products* 13 (2001) 1
- ⁴ Speller, C.S., “The potential for growing biomass crops for fuel on surplus land in the UK”, *Outlook in Agriculture* 22 (1993) 23
- ⁵ Moncada, P. “Biomass projects in Europe”. En: *Biomass for Energy & Industry, Proc. of the Int. Conf. On Biomass for Energy and Industry, Eds. D.O. Hall, G. Grassi, H. Scheer (1992).*
- ⁶ van der Werf, H.M.G., Meijer, W.J.M., Mathijssen, E.W.J.M., Darwinkel, A., “Potential dry matter production of *Miscanthus Sinensis* in The Netherlands”, *Industrial Crops and Products* 1 (1993) 203
- ⁷ Vega, A., Bao, M., Rodríguez, J.L., “Fractionating lignocellulose of *Miscanthus Sinensis* with aqueous phenol in acidic medium”, *Holz als Roh- und Werkstoff* 55 (1997) 189
- ⁸ Oggiano, N. Angelini, L.G., Cappelletto, P., “Pulping and paper properties of some fiber crops”, *Industrial Crops and Products* 7 (1997) 59

- ⁹ Hague, J.R.B., “Biomass as feed-stocks for the forestry products industry”, *Aspects of Applied Biology* 49 (1997) 455
- ¹⁰ Iglesias, G., Bao, M., Lamas, J., Vega, A., “Soda Pulping of *Miscanthus Sinensis*. Effects of Operational Variables on Pulp Yield and Lignin Solubilization”, *Bioresource Technology* 58 (1996) 17
- ¹¹ Tröger, F., Wegener, G., Seemann, C., “*Miscanthus* and flax as raw material for reinforced particleboards”, *Industrial Crops and Products* 8 (1998) 113
- ¹² Youngquist, J.A., Krzysik, A.M., English, B.W., Spelter, H.N., Chow P., “Agricultural Fibers for Use in Building Components” En: The use of recycled wood and paper in building applications: Proceedings 1996 symposium. Forest Product Society: 123- 134
- ¹³ Blanchet P., Cloutier A., Riedl B., “Particleboard made from hammer milled black spruce bark residues”, *Wood Science and Technology* 34 (2000) 11
- ¹⁴ Grigoriu, A., Passialis, C., Voulgaridis, E., “Experimental particleboards from Kenaf plantations grown in Greece”, *Holz als Roh- und Werkstoff* 58 (2000) 309
- ¹⁵ Kumar V.B., “Suitability of Indian Hardwoods for the Manufacture of Hardboard”, *Holzforchung und Holzverwertung* 18 (1966) 1
- ¹⁶ Das, S., Saha, A.K., Choudhury, P.K., Basak, R.K., Mitra, B.C., Todd, T., Lang, S., Rowell, R.M., “Effect of Steam Pretreatment of Jute Fiber on Dimensional Stability of Jute Composite”, *Journal of Applied Polymer Science* 76 (2000) 1652
- ¹⁷ Zhang, M., Kawai, S., Sasaki, H., Yamawaki, T., Yoshida, Y., Kashihara, M., “Manufacture and Properties of Composite Fiberboard II. Fabrication of board manufacturing apparatus and properties of bamboo/wood composite fiberboard” *Mokuzai Gakkaishi* 41 (1995) 903

- ¹⁸ Grigoriou, A.H., “Straw-wood composites bonded with various adhesive systems”, *Wood Science and Technology* 34 (2000) 355
- ¹⁹ Carvajal, O., Valdés, J.L., Puig, J., “Bagasse particleboards for building purpose”, *Holz als Roh und Werkstoff* 54 (1996) 61
- ²⁰ Mason, W.H. “Pulp and paper from steam exploded wood”, *Paper trade journal* 84 (1927) 131
- ²¹ Boehm, R.M. “The Masonite process” *Industrial and Engineering Chemistry*, 22 (1930) 493
- ²² Spalt, H. A., “Chemical Changes in Wood Associated with Wood Fiberboard manufacture. Wood technology: Chemical Aspects”, *ACS Symposium Series*, 93 (1977) 193
- ²³ Košíková, B., Mlynár, J., Zákutná, L., Joniak D., “The Relationship between Ultrastructure and Lignin Extractability of Steamed Hardwoods”, *Holzforschung* 44 (1990) 249
- ²⁴ Kallavus, U., Gravitis, J., “A Comparative Investigation of the Ultrastructure of Steam Exploded Wood With Light, Scanning and Transmission Electron Microscopy”, *Holzsforschung* 49 (1995) 182
- ²⁵ Lawther, J. M., Sun R., Banks W.B., “Effect os Steam Treatment on the Chemical Composition of Wheat Straw”, *Holzsforschung* 50 (1996) 365
- ²⁶ Montané, D., Farriol X., Salvadó J., Jollez P., Chornet E. “Fractionation of Wheat Straw by Steam-Explosion Pretreatment and Alkali Delignification. Cellulose Pulp and Byproducts from Hemicellulose and Lignin”, *Journal of Wood Chemistry and Technology* 18 (1998) 171

- ²⁷ Hsu, W.E., Schwald W., Schwald, J., Shields, J.A. “Chemical and physical changes required for producing dimensionally stable wood-based composites. Part1: Steam pretreatment” *Wood Science and Technology* 22 (1988) 28
- ²⁸ Sekino, N., Inoue, M., Irle, M. A., “Thickness Swelling and Internal Bond Strength of Particleboards Made from Steam-Pretreated Particles” *Mokuzai Gakkaishi* 43 (1997) 1009
- ²⁹ Sekino, N., Inoue M., Irle M., Adcock T. “The Mechanisms Behind the Improved Dimensional Stability of Particleboards Made from Steam-Pretreated Particles” *Holzforschung*, 53 (1999) 435
- ³⁰ Sekino, N., Inoue M., “Mechanism of Dimensional Stabilization of Particleboards Made from Steam Pretreated Particles (Reduction of In-Plane Swelling Stress of Wood Particles)”, *Journal of the Society of Materials Science Japan* 47 (1998) 394
- ³¹ Chow, P., Bao Z., Youngquist, J.A., Rowell, R.M., Muehl, J.H., Krzyzik, A.M., “Effects of two Fiber treatments on properties of Hemlock Hardboard”, *Forest Product Journal* 46 (1996) 62
- ³² Suchsland, O.; Woodson, G. E.; McMillin, C. W., “Effect on cooking conditions on fiber bonding in dry-formed binderless hardboard”, *Forest Products Journal* 37 (1987) 65
- ³³ Mobarak F., Fahmy Y., Augustin H. “Binderless Lignocellulose Composite from Bagasse and Mechanism of Self-Bonding” *Holzforschung* 36 (1982) 131
- ³⁴ Fadl, N. A., Sefain, M. Z., Rakha M. “Effect of Thermal Treatment on Egyptian Rice Straw Hardboard” *Journal of Applied Chemistry and Biotechnology* 27 (1977) 93
- ³⁵ Suchsland, O.; Woodson, G. E.; McMillin, C. W., “Effect of hardboard process variables on fiberbonding”, *Forest Products Journal* 33 (1983) 58

- ³⁶ Suchsland, O.; Woodson, G. E.; McMillin, C. W., “Binderless fiberboard from two different types of fiber furnishes”, *Forest Products Journal* 35 (1985) 63
- ³⁷ Shen K. C., “Binderless Composite Panel Products”, En: *Proceedings of the Composite Wood Products Symposium. Vol 1 pp 105-107. Burton, R. J. , Tarlton G. L. Eds., New Zealand (1990)*
- ³⁸ Suzuki, S.; Shintani H.; Park S.; Saito K.; Laemsak N.; Okuma M.; Iiyama K., “Preparation of Binderless Boards from Steam Exploded Pulps of Oil Palm (*Elaeis guineensis* Jaxq.) Fronds and Structural Characteristics of Lignin and Wall Polysaccharides in Steam Exploded Pulps to be Discussed for Self-Bindings”, *Holzforschung* 52 (1998) 417
- ³⁹ Laemsak, N., Okuma, M., “Development of boards made from oil palm frond II: properties of binderless boards from steam-exploded fibers of oil palm frond”, *Journal of Wood Science* 46 (2000) 322
- ⁴⁰ Anglès, M.N.; Reguant, J.; Montané D.; Ferrando F.; Farriol, X.; Salvadó J., “Binderless Composites from Pretreated Residual Softwood”, *Journal of Applied Polymer Science* 73 (1999) 2485
- ⁴¹ Takatani, M., Ito, H., Ohsugi, s., Kitayama, T., Saegusa, M., Kawai, S., Okamoto, T., “Effect of Lignocellulosic Materials on the Properties of Thermoplastic Polymer/Wood Composites”, *Holzforschung* 54 (2000) 197
- ⁴² Matte J.; Doucet J. “Recent developments in lignin utilization as wood adhesive: a review”, *Cellulose Chemistry and Technology* 22 (1988) 71
- ⁴³ Pizzi, A. “Natural Phenolic Adhesives II: Lignin” En: *Handbook of adhesive technology. Eitores: A. Pizzi y K.L. Mittal. Marcel Dekker, Inc. New York. pp 359-368 (1994)*

- ⁴⁴ Krzysik, A., Young, R., “A lignin adhesive system for flakeboard production”, *Forest Products Journal* 36 (1986) 39
- ⁴⁵ Velásquez J.; Zapata C.; Barrera C. “Reducción de la DQO en licores negros. Uso de la acidificación controlada”, *Ingeniería Química* Abril (1999) 182
- ⁴⁶ Glasser W. G. “Potential Role of lignins in tomorrow’s wood utilization technologies”, *Forest Product Journal* 31 (1981) 24
- ⁴⁷ Lin S. Y. “Lignin utilization-potential and challenge” En: *Progress in Bio-mass Conversion 4*, Academic Press, New York, p 31 (1983)
- ⁴⁸ Falkehag I. “A systematic view of lignin uses” En: *Int. Symp. On Wood and Pulping Chemistry*, Raleigh, N.C., Mayo 22-25 (1989)
- ⁴⁹ Ohlsson B.; Simonson R. “Lignin-copper, a new wood preservative without arsenic and chromium” En: *23rd Annual Meeting of IRG*, Harrogate, UK, May (1992)
- ⁵⁰ Roffael E.; Dix B. “Lignin and lignosulfonate in non conventional bonding- an overview”. *Holz Roh- Werkstoff* 49 (1991) 199
- ⁵¹ Stephanou A., Pizzi A., “Rapid Curing Lignin-Based Exterior Wood Adhesives, part I and II”, *Holzforschung* 47 (1993) 439, 501
- ⁵² Danielson B.; Simonson R. “Kraft Lignin in Phenol Formaldehyde Resin. Parts I and II”, *Journal of Adhesion Science and Technology* 12 (1998) 923, 941
- ⁵³ Carvajal, O., Santo Tomás, J., Puig, J., Sosa, P., “Producción Experimental Preeliminar de Tableros sin Resina” *ICIDCA Cuba-9* (1987) 316
- ⁵⁴ Kuo, M., “Alkali Treated Kraft Lignin as a Component in Flakeboard Resins”, *Holzforschung* 45 (1991) 47

- ⁵⁵ Kazayawoko, J., Riedl, B., Poliquin, J., Barry, A.O., Matuana, L.M., “A Lignin-Phenol-Formaldehyde Binder for Particleboard. Part 1. Thermal Characteristics”, *Holzforschung* 46 (1992) 257
- ⁵⁶ Kazayawoko, J., Riedl, B., Poliquin, J., “A Lignin-Phenol-Formaldehyde Binder for Particleboard. Part 2. Physico-Mechanical Properties”, *Holzforschung* 46 (1992) 349
- ⁵⁷ Schulerud, C.F., Doughty, J.B., “Reactive Lignin- Derived Products in Phenolic, High-Pressure Laminates”, *Tappi* 44 (1961) 823
- ⁵⁸ Zhao, L., Griggs, B.F., Chen, C., Gratzl, J.S., Hse, C., “Utilization of Softwood Kraft Lignin as Adhesive for the Manufacture of Reconstituted Wood”, *Journal of Wood Chemistry and Technology* 14 (1994) 127
- ⁵⁹ Westin M.; Simonson R.; Östman B., “Kraft lignin wood fiberboards – The effect of kraft lignin addition to wood chips or board pulp prior to fiberboard production”, *Holz als Roh- und Werkstoff* 58 (2001) 393
- ⁶⁰ Anglès, M.N.; Ferrando F.; Farriol, X.; Salvadó J., “Suitability of steam exploded residual softwood for the production of binderless panels. Effect of the pre-treatment severity and lignin addition”, *Biomass & Bioenergy* 21 (2001) 211
- ⁶¹ McLaughlan J., “New Methods for Advancing MDF research in the Laboratory” En: International Particleboard/Composite Materials Symposium, 1996, Vol 30th Pags. 135-152
- ⁶² AITM, Guía de la Madera. 1991. Madrid
- ⁶³ Yoshikara, K., Kobayashi, T., Fujii, T., Akamatsu, I., “A novel modification of Klason lignin quantitative method” *J Jpn Tappi* 38 (1984) 86
- ⁶⁴ Overend, R.P.; Chornet, E., *Phil. Trans. Royal Soc. London A* 321 (1987) 525

- ⁶⁵ Schwartz, S.L., Baird, P.K. “Effect of molding temperature on the strength and dimensional stability of hardboards from fiberized water-soaked Douglas-fir chips” En: *Proceedings of the national annual meeting: Forest Products Research Society. pp 322-326. USA (1950)*
- ⁶⁶ Sekino, N.; Inoue, M., “Basic Properties of Particleboards Made of Steam-pretreated Wood Flakes”, *Journal of the Faculty of Agriculture, Iwate Univ.* 22 (1996) 169
- ⁶⁷ Wilcox, H, “Interrelationships of Temperature, Pressure, and Pressing Time in the Production of Hardboard from Douglas-Fir Fiber”, *Tappi* 36 (1953) 89
- ⁶⁸ Back, E.L., “The Bonding Mechanism in Hardboard Manufacture”, *Holzforschung*, 41 (1987) 247
- ⁶⁹ Montgomery, D. C. *Diseño y Análisis de Experimentos*. Grupo Editorial Iberoamérica. México 1991